



LUCIANA AFFONSO JUNQUEIRA

**CARACTERÍSTICAS FÍSICAS E
MICROESTRUTURAIS DE EMULSÕES
FORMADAS POR HIDROCOLOIDES OBTIDOS
DO ORA-PRO-NÓBIS (*Pereskia aculeata* Miller)**

**LAVRAS – MG
2015**

LUCIANA AFFONSO JUNQUEIRA

**CARACTERÍSTICAS FÍSICAS E MICROESTRUTURAS DE
EMULSÕES FORMADAS POR HIDROCOLOIDES OBTIDOS DO
ORA-PRO-NÓBIS (*Pereskia aculeata Miller*)**

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

Orientador
Dr. Jaime Vilela de Resende

**LAVRAS – MG
2015**

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

Junqueira, Luciana Affonso.

Características físicas e microestruturais de emulsões formadas por hidrocoloides obtidos do ora-pro-nóbis (*Pereskia aculeata* Miller) / Luciana Affonso Junqueira. – Lavras: UFLA, 2015.

130 p. : il.

Dissertação (mestrado acadêmico) – Universidade Federal de Lavras, 2015.

Orientador (a): Jaime Vilela de Resende.

Bibliografia.

1. Reologia. 2. Aditivos. 3. Microscopia. 4. Estabilidade. I. Universidade Federal de Lavras. II. Título.

LUCIANA AFFONSO JUNQUEIRA

**CARACTERÍSTICAS FÍSICAS E MICROESTRUTURAIS DE
EMULSÕES FORMADAS POR HIDROCOLOIDES OBTIDOS DO
ORA-PRO-NÓBIS (*Pereskia aculeata* Miller)**

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

APROVADA em 26 de fevereiro de 2015.

Dr. Luiz Ronaldo de Abreu UFLA

Dr. Fabiano Freire Costa UFJF

Dr. Jaime Vilela de Resende
Orientador

**LAVRAS – MG
2015**

Aos meus pais, Luciano e Waldisa, pelo incentivo, dedicação e infinito amor.

Às minhas irmãs, Marina e Maria Beatriz, pela amizade.

DEDICO

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus, por me guiar pelos caminhos certos e me amparar na fé, nos momentos difíceis.

Aos meus pais, por estarem sempre ao meu lado, me ensinarem os verdadeiros valores da vida e me darem toda a estrutura necessária aos meus estudos.

Às minhas irmãs pela amizade e atenção em todos os momentos.

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

Ao CNPq pela concessão da bolsa de estudos, à FAPEMIG e ao CNPq pelo auxílio financeiro ao projeto.

Ao meu orientador, Jaime Vilela de Resende, por toda a dedicação, paciência e ensinamentos diários que foram de grande importância para meu crescimento profissional.

Aos professores do Departamento de Ciência dos Alimentos pelos grandes ensinamentos, em especial ao professor Luiz Ronaldo de Abreu por ter participado de todas as etapas de minha formação como mestre, e sempre colaborar na realização deste projeto de pesquisa.

Ao professor, Fabiano Freire Costa, por ter aceitado o convite de participar da defesa e pela atenção dispensada.

À Tatiana, por colaborar para toda a realização deste trabalho, durante a pesquisa, os estudos e condução dos experimentos com seus ensinamentos e sua grande amizade.

A todos os funcionários da Universidade Federal de Lavras que de alguma forma contribuíram para meus estudos e pesquisa, em especial à Cleusa por seu carinho diário e ao Thales por sua colaboração e apoio no laboratório na realização dos experimentos.

Às meninas da Iniciação Científica, Natália, Larissa e Nayara, pela grande colaboração para a realização do projeto e condução dos experimentos.

RESUMO

No presente trabalho teve-se como objetivo avaliar a aplicação de hidrocoloides extraídos do *Pereskia aculeata* Miller, obtidos por diferentes métodos de secagem, na formação de emulsões. A capacidade emulsificante e estabilizante desses hidrocoloides utilizados em diferentes concentrações foram avaliadas, bem como as características reológicas através da curva de fluxo, varredura de frequência e varredura de temperatura, utilizando-se reômetro dinâmico oscilatório. As características microscópicas das emulsões formadas foram avaliadas através de microscópio ótico e de fluorescência e as imagens analisadas utilizando-se o programa Sigman Scan 5.0. As análises reológicas demonstraram que todas as emulsões possuem comportamento pseudoplástico e que os dados obtidos pela curva de fluxo se ajustam à Lei da Potência. Os hidrocoloides secos em estufa a vácuo resultaram em emulsões com menores valores de viscosidade aparente e maiores concentrações em maiores valores de viscosidade aparente. O método de secagem e a concentração de hidrocoloides influenciaram no comportamento tixotrópico, sendo que hidrocoloides liofilizados e maiores concentrações de hidrocoloides resultaram em um comportamento tixotrópico mais evidente, demonstrando que são sistemas mais estruturados. Quanto ao teste oscilatório realizado, as emulsões apresentaram valores de G' e G'' dependentes da frequência, evidenciando o comportamento viscoelástico e predominância do comportamento elástico. Verificou-se que o método de secagem utilizado e a concentração não interferiram na capacidade emulsificante dos hidrocoloides. A estabilidade das emulsões formadas é influenciada apenas pela concentração, sendo que maiores concentrações de hidrocoloides resultam em maior estabilidade. A análise microestrutural mostrou que a concentração e o método de secagem foram significativos, sendo que com o aumento na concentração de hidrocoloides as emulsões apresentam características de sistemas mais estáveis, diâmetro menor e maior uniformidade no tamanho das gotículas. A análise microestrutural das emulsões preparadas usando hidrocoloides secos em liofilizador mostrou que com o aumento da concentração foi incrementada a uniformidade e o número das gotículas, ao passo que o perímetro, a área e o volume das gotículas diminuíram. Com relação à viscosidade, verificou-se que os valores diminuem com o aumento das gotículas. A microscopia de fluorescência mostrou que as proteínas e os polissacarídeos ficam adsorvidos na interface óleo/água, atuando como bons agentes estabilizantes das emulsões.

Palavras-chave: Reologia. Aditivos. Microscopia. Emulsão.

ABSTRACT

This study aimed to evaluate the application of hydrocolloids extracted from *Pereskia Aculeata* Miller, obtained by different drying methods, to the emulsions formation. The emulsifying and stabilizing capacity of these hydrocolloids used in different concentrations was assessed as well as the rheological by flow curve, the scanning frequency and scanning temperature, using a rheometer dynamic oscillatory. The microscopic characteristics of the emulsions formed was assessed by optical microscopy and fluorescence microscopy and the images analyzed using the Sigman Scan 5.0. Rheological analysis showed that all emulsions have pseudoplastic behavior and that the data obtained by the flow curve fit to the Power Law. The hydrocolloids dried in a vacuum oven resulted in emulsions with lower apparent viscosity and at higher concentrations resulted in higher apparent viscosity. The drying method and the concentration of hydrocolloids influenced the thixotropic behavior, wherein freeze-dried hydrocolloids and higher concentrations of hydrocolloids resulted in a clearest thixotropic behavior, showing that are more structured systems. As for the oscillatory test conducted, emulsions showed values of G' and G'' frequency dependent, reflecting the predominance of the viscoelastic behavior and elastic behavior. It was found that the drying method used and the concentration did not affect the emulsifier ability of hydrocolloids. The emulsions stability formed is influenced only by the concentration, and that higher hydrocolloid concentrations result in increased stability. Microstructural analysis has shown that the concentration and drying method were significant, and with the increase of the hydrocolloid concentration the emulsions exhibit more stable system characteristics such as smaller diameter and greater uniformity in droplet size. Microstructural analysis of the emulsions prepared using freeze-dried hydrocolloid showed that with the increase in concentration there was increased uniformity and the number of the droplets, whereas the perimeter, area and volume of the droplets decreased. With respect to viscosity, it was found that the values decrease with the droplet increasing. Fluorescence microscopy showed that the proteins and polysaccharides are adsorbed onto the oil / water interface acting as good stabilizers of emulsions.

Keywords: Rheology. Additives. Microscopy. Emulsion.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Arbusto de ora-pro-nóbis (<i>Pereskia aculeata</i> Miller)	22
Figura 2	Fases da emulsão	28
Figura 3	Principais tipos de emulsão em alimentos	29
Figura 4	Mecanismos de desestabilização da emulsão alimentícia.	30
Figura 5	Característica ambifílica do emulsificante	32
Figura 6	Etapas da estabilização de uma emulsão contendo água e óleo quando adicionado um agente emulsificante.....	32
Figura 7	Atividade do emulsificante iônico (emulsão O/A).....	34
Figura 8	Atividade do emulsificante não-iônico (emulsão A/O).....	34
Figura 9	Classificação do comportamento reológico de fluidos.....	41
Figura 10	Representação esquemática de um fluido (1) Fluido em repouso (2) Fluido após a aplicação de uma taxa de cisalhamento.....	44
Figura 11	Curva de escoamento para vários tipos de fluidos independentes do tempo.....	45
Figura 12	Curva de escoamento de fluidos dependentes do tempo	46
Figura 13	Efeito do cisalhamento sobre o comportamento de partículas e agregados.....	47
Figura 14	Classificação dos modelos reológicos aplicados a curvas de escoamento em ensaios estacionários.....	48
Figura 15	Reogramas da relação taxa de deformação e tensão de cisalhamento: ajuste pela Lei da Potência (a) emulsões preparadas usando hidrocoloides secos em estufa a vácuo (b) emulsões preparadas usando hidrocoloides secos em liofilizador.	60
Figura 16	Reogramas da relação viscosidade e taxa de deformação para	66
Figura 17	Reogramas obtidos pelas curvas de escoamento com aumento e redução da tensão de cisalhamento aplicada sob taxa de deformação constante (a) emulsões preparadas usando hidrocoloides secos em estufa (b) emulsões preparadas usando hidrocoloides secos em liofilizador	70
Figura 18	Reogramas obtidos pela relação G' e G'' com a frequência para as concentrações de 0,5%, 1,0%, 1,5%, 2,0%, 2,5% e 3,0% de hidrocoloides secos em estufa a vácuo.....	74

Figura 19	Reogramas obtidos pela relação G' e G'' com a frequência para as concentrações de 0,5%, 1,0%, 1,5%, 2,0%, 2,5% e 3,0% de hidrocolóides secos em liofilizador.....	75
Figura 20	Reograma da varredura de temperatura para emulsão de concentração de 2% de hidrocolóides.....	78
Figura 21	Micrografias das emulsões preparadas com hidrocolóides extraídos do ora-pro-nóbis secos em estufa a vácuo antes e após desestabilização (a) 0,5% antes (a1) 0,5% depois (a2) 1,0% antes (a3) 1,0% depois (a4) 1,5% antes (a5) 1,5% depois (a6) 2,0% antes (a7) 2,0% depois (a8) 2,5% antes (a9) 2,5% depois (a10) 3,0% antes (a11) 3,0% depois.....	84
Figura 22	Micrografias das emulsões preparadas com hidrocolóides extraídos do ora-pro-nóbis secos em estufa a vácuo antes e após desestabilização (b) 0,5% antes (b1) 0,5% depois (b2) 1,0% antes (b3) 1,0% depois (b4) 1,5% antes (b5) 1,5% depois (b6) 2,0% antes (b7) 2,0% depois (b8) 2,5% antes (b9) 2,5% depois (b10) 3,0% antes (b11) 3,0% depois.....	86
Figura 23	Fotomicrografia em Microscópio de Fluorescência (a) Fluoresceína ITC (a1) Fluoresceína ITC com filtro (a2) Rodamina B (a3) Rodamina B com filtro (a4) Nile Red (a5) Nile Red com filtro.....	99

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1	Valores de índice de comportamento de fluxo em relação as concentrações.....	63
Gráfico 2	Valores de índice de consistência em relação as concentrações.....	63
Gráfico 3	Influência da concentração de hidrocoloides na estabilidade da emulsão.....	80
Gráfico 4	Dados de diâmetro médio e desvio padrão para as emulsões obtidas por hidrocoloides secos pelo dois métodos de secagem nas concentrações de 0,5%, 1,0%, 1,5%, 2,0%, 2,5% e 3,0%.....	87
Gráfico 5	Diferença dos valores de diâmetro médio das gotículas de óleo antes e após o processo de desestabilização em centrífuga.....	89
Gráfico 6	Relação entre a concentração de hidrocoloides versus o número de gotículas.....	91
Gráfico 7	Distribuição do diâmetro das gotículas.....	92
Gráfico 8	Relação entre concentração de hidrocoloides versus área das gotículas.....	94
Gráfico 9	Relação entre concentração de hidrocoloides versus perímetro das gotículas.....	94
Gráfico 10	Relação entre concentração de hidrocoloides versus o volume das gotículas.....	95
Gráfico 11	Relação entre diâmetro médio e viscosidade aparente das emulsões preparadas com hidrocoloides secos em estufa a vácuo e em liofilizador.....	97

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Médias dos parâmetros índice de consistência (k) e índice de comportamento (n) em cada método de secagem.....	58
Tabela 2	Modelos estatísticos do efeito da concentração de hidrocoloides nos parâmetros reológicos das emulsões.....	62
Tabela 3	Valores de viscosidade para as emulsões sob taxa de deformação 100s ⁻¹	68
Tabela 4	Médias das viscosidades aparentes avaliadas sob taxa de deformação 100s ⁻¹	68
Tabela 5	Valores médios de tixotropia para emulsões usando hidrocoloides secos em estufa a vácuo e em liofilizador nas diferentes concentrações.....	69
Tabela 6	Valores médios de tixotropia para emulsões usando hidrocoloides secos em estufa a vácuo e em liofilizador nas diferentes concentrações.....	71
Tabela 7	Componentes de viscoelasticidade a 1 Hz.....	76
Tabela 8	Componentes de viscoelasticidade a 10 Hz.....	76
Tabela 9	Análise de Variância para influência do método de secagem e concentração no diâmetro médio das gotículas.....	86
Tabela 10	Diâmetro médio das emulsões.....	89

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
2	OBJETIVOS	17
2.1	Objetivos gerais	17
2.2	Objetivos específicos	17
3	REFERENCIAL TEÓRICO	18
3.1	Hidrocoloides	18
3.2	Ora-pro-nóbis	21
3.3	Secagem	24
3.3.1	Secagem a vácuo	24
3.3.2	Liofilização	25
3.4	Emulsão	27
3.4.1	Caracterização microestrutural das emulsões	35
3.5	Reologia	39
4	MATERIAL E MÉTODOS	50
4.1	Obtenção do ora-pro-nóbis	50
4.2	Extração dos hidrocoloides	50
4.3	Preparo das gomas	51
4.3.1	Elaboração da goma	51
4.4	Elaboração das emulsões	51
4.5	Reologia	51
4.5.1	Tixotropia	52
4.5.2	Curva de Fluxo	52
4.5.3	Varredura de frequência	53
4.5.4	Varredura de temperatura	53
4.6	Capacidade emulsificante	53
4.7	Estabilidade da emulsão	54
4.8	Microscopia ótica	55
4.9	Análise das imagens	55
4.10	Microscopia de fluorescência	55
4.11	Delineamento experimental	56
5	RESULTADOS	57
5.1	Análises reológicas	57
5.1.1	Caracterização do comportamento reológico	57
5.1.2	Tixotropia	69
5.1.3	Varredura de frequência	73

5.1.4	Varredura de temperatura.....	78
5.2	Capacidade emulsificante e estabilidade das emulsões.....	79
5.3	Caracterização microestrutural.....	81
5.3.1	Microscópio ótico.....	81
5.3.1.1	Diâmetro médio das gotículas.....	82
5.3.1.2	Número de gotículas.....	90
5.3.1.3	Distribuição do tamanho das gotículas.....	92
5.3.1.4	Perímetro e área.....	93
5.3.1.5	Volume.....	94
5.3.1.6	Relação entre diâmetro médio e viscosidade.....	96
5.3.2	Microscopia de Fluorescência.....	98
6	CONCLUSÃO.....	101
	REFERÊNCIAS.....	103
	ANEXOS.....	116

1 INTRODUÇÃO

Alimentos são sistemas muito complexos, formados por uma grande quantidade de componentes que apresentam diferentes propriedades. Estes podem ser combinados e acrescidos de ingredientes para formarem produtos de interesse para o mercado. Muitos desses produtos são caracterizados como emulsões, definidos como sistemas formados quando dois líquidos imiscíveis entram em contato e um torna-se disperso no outro pela atuação de um agente emulsificante.

Para a obtenção de emulsões estáveis e com a qualidade exigida pelos consumidores, é necessária a utilização de aditivos como os emulsificantes. Um grupo de componentes muito utilizados com essa finalidade são os hidrocoloides, os quais são polímeros, proteínas e polissacarídeos.

Devido à composição rica em polissacarídeos e proteínas as cactáceas são possíveis fontes de hidrocoloides. Entre as cactáceas um gênero conhecido e de fácil adaptação é o *Pereskia*. A espécie *Pereskia aculeata* é conhecida popularmente como ora-pro-nóbis e apresenta alto teor do biopolímero arabinogalactana em suas folhas. Devido ao conhecimento da composição e do potencial do ora-pro-nóbis, a extração dos hidrocoloides dessa espécie visa aplicar na indústria uma nova tecnologia com funções espessante, emulsificante e estabilizante.

Uma das etapas fundamentais no processo de obtenção dos hidrocoloides extraídos do ora-pro-nóbis é a secagem, por influenciar diretamente nas propriedades do produto final. Sendo assim, é de grande importância avaliar a atuação dos hidrocoloides obtidos por diferentes métodos de secagem.

São muitos os hidrocoloides usados como emulsificantes e estabilizantes na indústria de alimentos e escolher qual deles deve ser usado em cada um dos alimentos depende da efetividade desses aditivos, das características da emulsão que se deseja formar e em quais condições essa emulsão será formada.

Assim, a finalidade com este trabalho é contribuir para melhorar a compreensão sobre as características emulsificante e estabilizante dos hidrocoloides do ora-pro-nóbis obtidos pelos diferentes métodos de secagem e obter a caracterização reológica e microestrutural das emulsões formadas.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivos gerais

- Obter e caracterizar emulsões utilizando como agentes emulsificantes e estabilizantes hidrocoloides extraídos do ora-pro-nóbis (*Pereskia aculeata Miller*) usando diferentes métodos de secagem.

2.2 Objetivos específicos

- Elaborar gomas em diferentes concentrações de hidrocoloides obtidos pelos dois métodos de secagem.
- Determinar a capacidade de emulsão, na presença de água e óleo, das gomas produzidas com diferentes concentrações de hidrocoloides obtidos por diferentes métodos de secagem.
- Avaliar a estabilidade das emulsões formadas com diferentes concentrações de hidrocoloides obtidos pelos diferentes métodos de secagem.
- Caracterizar através de análises reológicas as emulsões formadas.
- Comparar as características reológicas das emulsões obtidas.
- Avaliar a microestrutura das emulsões obtidas através de microscópio ótico.
- Avaliar a microestrutura das emulsões após sofrerem processo de desestabilização através de microscópio ótico.
- Avaliar qualitativamente a microestrutura das emulsões através de microscópio de fluorescência.
- Obter a concentração de hidrocoloides e o método de secagem que apresentam a maior capacidade emulsificante e a maior estabilidade.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 Hidrocoloides

Hidrocoloides é um grupo heterogêneo de polímeros de cadeia longa (polissacarídeos e proteínas), caracterizado pela sua propriedade de formar dispersões viscosas e/ou géis quando dispersos em água. Devido à grande presença de hidroxilas (-OH) esses compostos apresentam afinidade com moléculas de água, sendo compostos hidrofílicos. Além disso, produzem uma dispersão, que é intermediária entre uma verdadeira solução e uma suspensão, e apresentam as propriedades de um coloide. Considerando essas duas propriedades, eles são apropriadamente denominados como hidrófilos coloides ou hidrocoloides. Esses compostos apresentam alto peso molecular (SAHA; BHATTACHARYA, 2010).

O termo coloide pode ser aplicado a dispersões de partículas, espumas, géis e emulsões (água-em-óleo, óleo-em-água, água-em-água). Assim, gêneros mais industrializados de alimentos podem ser classificados como coloides de alimentos, muitos deles contêm como ingredientes hidrocoloides adicionados pelo fabricante para o controle de estabilidade e das propriedades reológicas (DICKINSON, 2003).

O termo “hidrocoloides” se refere a proteínas e polissacarídeos amplamente utilizados na indústria com várias finalidades como espessante e gelificante em soluções aquosas, estabilizantes de espumas, emulsões e dispersões, inibidores na formação de cristais de gelo e de açúcar, controladores de flavor, entre outros (PHILLIPS; WILLIAMS, 2000).

Ambas as classes de biopolímeros (polissacarídeos e proteínas) contribuem para as propriedades estruturais e texturais dos alimentos, através da sua agregação e do comportamento de gelificação. Além disso, as proteínas são conhecidas por sua capacidade de emulsificação e de formar

espumas. As proteínas abaixam a tensão interfacial devido à sua adsorção na interface e podem formar películas nessa interface proporcionando a repulsão eletrostática e esférica entre as gotas, e os polissacarídeos por suas propriedades de retenção de água e espessamento, são usados como estabilizantes, espessantes e gelificantes (CORREDIG; SHARAFBAFI; KRISTO, 2011; DICKINSON, 2003; VAN AKEN; VAN VLIET, 2002).

Os polissacarídeos com aplicações industriais são extraídos de plantas - incluindo as algas; de animais e fungos ou são obtidos via fermentação microbiológica. Nas plantas superiores estes podem ser obtidos de exsudatos, sementes, frutos e tubérculos. Esses hidrocolóides encontrados em espécies vegetais formam um subgrupo denominado gomas. São exemplos de gomas utilizados na indústria de alimentos: goma arábica, alginatos e agarose (CUNHA, 2009; INTERNATIONAL CONFERENCE ON HALAL GUMS, 2012).

Matos (2000) define gomas como hidrocolóides vegetais que podem ser classificados como polissacarídeos aniônicos, não iônicos ou como sais de polissacarídeos. São substâncias translúcidas e amorfas, frequentemente produzidas pelas plantas superiores como proteções após uma agressão. Muitas plantas que crescem em condições semiáridas produzem exsudatos gomosos em grandes quantidades quando seu córtex é agredido; isso serve para vedar o corte e evitar a desidratação. As gomas de sementes são hidrocolóides contidos em algumas sementes embrionárias que servem como reserva de alimentos polissacarídicos. Várias algas contêm gomas marinhas como componentes de suas paredes celulares e de suas membranas, ou então em regiões intracelulares, onde funcionam como reserva de alimento.

Existem vários tipos de gomas dependendo da matéria-prima de onde cada uma delas é extraída. Por exemplo, gomas de frutas, gomas de

tubérculos e cereais, gomas de exsudatos, gomas de sementes, gomas de algas marinhas, entre outras (AS GRANDES..., 2011).

Dentre os polissacarídeos vegetais, os polissacarídeos das gomas englobam as estruturas mais complexas (ASPINALL, 1969), sendo essa complexidade resultado da presença de diferentes componentes monossacarídeos, anéis furanosídicos e piranosídicos, enantiômeros D e L além de diferentes tipos de ligações glicosídicas. Acredita-se que a síntese de moléculas tão complexas esteja envolvida na resistência aos sistemas enzimáticos de organismos invasores (JONES; SMITH, 1949).

As gomas de exsudatos mais utilizadas na indústria são a goma arábica, karaya, ghatthi e tragacanta. Elas podem ser empregadas nas indústrias de detergentes, têxtil, de adesivos, de papel, de tintas, alimentícia, farmacêutica e de cosméticos (RODRIGUES; PAULA; COSTA, 1993; WHISTLER, 1970).

Hidrocoloides são amplamente utilizados na indústria de alimentos devido à grande variedade de funções que possuem, podendo ser utilizados para modificar a textura e as características reológicas, como emulsionantes e estabilizantes, controlar o crescimento de cristais de gelo e açúcar, melhorar a aparência e a conservação de alimentos (ROSELL; ROJAS; BARBER, 2001; SAHA; BHATTACHARYA, 2010).

Segundo dados da *International Hydrocolloid Information Center* - IMR, o mercado de hidrocoloides movimentou em 2010 aproximadamente \$5 bilhões. Sendo que o amido lidera o mercado, movimentando aproximadamente \$1 bilhão. Pesquisas relatam que em 2018 o mercado mundial de hidrocoloides deve movimentar \$7 bilhões.

3.2 Ora-pro-nóbis

A família Cactaceae constitui-se de representantes preponderantemente originários de regiões temperadas e tropicais das Américas, particularmente de clima quente e seco (CRONQUIST, 1981; JOLY, 1998), e compreende plantas perenes, suculentas, de hábito variado e geralmente espinhosas (BARROSO, 1978).

O ora-pro-nóbis, que no latim significa "rogai por nós", assim batizada pelo costume de ser colhida no quintal de uma igreja, para ser preparada para o almoço, quando o padre iniciava a reza final da missa da manhã, é uma planta que pertence ao reino *Plantae*, classe *Magnoliopsida*, ordem *Caryophyllales*, família *Cactaceae*, subfamília *Pereskioideae* e gênero *Pereskia*. O ora-pro-nóbis, nome popular das espécies *Pereskia aculeata* Miller e *Pereskia grandifolia* Haword, é considerada detentora do maior número de caracteres primitivos da família Cactaceae. Embora tenha um alto potencial de utilização no conjunto das hortaliças não convencionais, ainda é cultivada de forma marginal e rudimentar. As plantas dessa espécie ocorrem apenas em regiões méxicas ou ligeiramente áridas e são árvores de folhas duras, com troncos lenhosos, folhas largas e finas. A espécie é nativa das Américas Central e do Sul (KINUPP; INCHAUSTI, 2008; MAUSETH, 1999; REVISTA GLOBO RURAL, 2010).

A *Pereskia aculeata* é uma planta perene, cujas folhas são consumidas por grande parte da população de Minas Gerais. Atualmente, tem sido consumida em pratos típicos servidos em restaurantes das cidades históricas e começam a ser cultivadas para fins comerciais. A região de Sabará apresenta a maior produção garantindo a renda dos produtores de hortaliças. Na cidade Sabará ocorre anualmente o Festival do *ora-pro-nobis* que já estava na sua 13^a edição no ano de 2010. A figura 1 representa um arbusto da espécie (DAYRELL, 1977; JORNAL ESTADO DE MINAS, 2003, p. 12).



Figura 1 Arbusto de ora-pro-nóbis (*Pereskia aculeata* Miller)
Fonte: Revista Globo Rural (2010)

P. aculeata Miller e *P. grandifolia* se destacam pelo alto conteúdo de proteínas e mucilagem de suas folhas, consumidas na culinária regional brasileira e usadas como emolientes na medicina popular. Esse fato despertou o interesse de indústrias farmacêuticas e de alimentos nutracêuticos, como matéria-prima na produção de complementos alimentares, mais especificamente por apresentarem alto teor do biopolímero arabinogalactana (MERCE et al., 2001).

Almeida Filho e Cambraia (1974) foram os primeiros autores a estudarem a composição das folhas de ora-pro-nóbis, concluindo que as folhas de ora-pro-nóbis apresentam alto valor nutritivo, sendo verificado um teor de proteínas de 25,5% em matéria seca, próximo ao encontrado por Dayrell (1977), de 25,14% em matéria seca. Devido ao valor proteico muito elevado quando comparado com outros vegetais esta espécie é popularmente chamada de “carne dos pobres”.

Dayrell (1977) em seus estudos obteve os resultados para extrato etéreo de 5,83%, cinzas de 19,25%, fibra bruta 7,12%, cálcio 3,19% e fósforo 0,24%.

Estudos mais recentes mostram valores de proteínas e de fibras próximos aos encontrados pelos autores citados. Silva et al. (2005) ao estudarem a espécie encontraram o teor proteico em torno de 24,73% e de fibras de 5,58% em base seca. O ora-pro-nóbis possui um considerável teor de ferro, tanto na folha (140,36ppm) quanto no caule (88,75 ppm) e um alto teor de fibras insolúveis nas folhas, sendo em torno de 29,62% em matéria seca (VILELA et al., 2003).

Arabinogalactanas são macromoléculas constituídas por arabinose e galactose. Em algumas situações, elas se encontram como polissacarídeos livres e em outras associadas de forma covalente a proteínas, a associação pode ocorrer formando um proteoglicano quando a proteína substitui um polissacarídeo ou glicoproteínas em que o componente proteico é substituído por um ou mais resíduos de oligossacarídeos (GOTTSCHALK, 1972).

Arabinogalactanas associadas a proteínas são encontradas na maioria das plantas superiores, e em muitas das suas secreções. Constituem um grupo de macromoléculas caracterizado por uma elevada proporção de hidratos de carbono em que a galactose e arabinose são os monossacarídeos predominantes, também há uma pequena proporção de proteína, contendo tipicamente altos níveis de hidroxiprolina (FINCHER; STONE, 1983) tendo uma estrutura molecular complexa e de difícil caracterização (ASPINALL, 1969; WHISTLER, 1970).

Dentro do âmbito industrial, pode-se citar o intenso uso de arabinogalactanas da tão conhecida goma arábica extraída da Acácia Senegal, proveniente de árvores de diferentes espécies de *Acácia*. Já com enfoque biológico, as principais arabinogalactanas utilizadas são provenientes do lariço (*Larix occidentalis* e *Larix dahurica*), uma árvore típica da região Norte do globo, sendo descrita por apresentar propriedades imunomoduladoras.

Sierakowski (1982) avaliou a partir de hidrólises ácidas parciais, oxidação com periodato, degradação de Smith e metilação que os polissacarídeos presentes no ora-pro-nóbis são complexos e altamente

ramificados e sugere que os monômeros (arabinose e galactose) que compõem os polissacarídeos são compostos por 30% de unidades de galactofuranose, 13% de unidades de arabinofuranose, por 11,5% de unidades de galactopiranosose.

Estudos realizados por Sierakowski (1988) sobre a extração do polissacarídeo da mucilagem do ora-pro-nóbis revelam a presença de arabinogalactana. Os estudos mostram ainda que o polissacarídeo presente é constituído por uma heteroglicana formada principalmente por arabinose e galactose contendo também ramnose e ácido galacturônico, esses monômeros foram identificadas por técnicas de análise de polissacarídeos convencionais e a proporção molar dos monômeros arabinose, galactose, ramnose e ácido galacturônico encontrada foi de 5,1: 8,2: 1,8: 1,0. Essa mucilagem possui um conteúdo proteico de 3,5%.

3.3 Secagem

O processo de secagem de alimentos é comumente realizado a fim de retirar uma determinada quantidade de água presente no alimento. Esse processo possibilita prolongar a vida de prateleira dos alimentos, uma vez que reduz a atividade de água dos mesmos. Contudo o processo de secagem pode afetar as características do produto, o que pode ser minimizado com a utilização do processo de secagem da forma mais adequada, o que torna necessário, portanto, um profundo estudo do processo, dos equipamentos e dos parâmetros utilizados (Fellows, 2006).

3.3.1 Secagem a vácuo

Na secagem convencional, o calor é utilizado com o intuito de evaporar a água do produto, sendo que a água evaporada na superfície externa do produto é removida e transferida para o meio de secagem que, normalmente, é o ar (ALMEIDA; FONSECA; GOUVEIA, 1999).

A secagem é empregada visando às diversas finalidades. Para os produtos agrícolas e alimentícios, é empregada principalmente na preservação, permitindo também o transporte e armazenamento sem refrigeração. A perda de massa que ocorre quando um alimento é seco diminui consideravelmente os custos de transporte e manuseio. Dentro dos vários métodos de secagem, a secagem a vácuo é utilizada por ser um método intermediário entre a secagem tradicional e a liofilização, pois permite trabalhar a pressões baixas com temperaturas moderadas (menores que 100°C), obtendo-se maiores taxas de evaporação da umidade e um produto final de melhor qualidade se comparado com a secagem tradicional com ar quente (KOMPANY et al., 1990; KROKIDA; ZOGZAS; MAUROLIS, 1997).

Sendo assim o processo de secagem a vácuo acelera a remoção de água do alimento diminuindo o tempo de processamento, resultando em produtos desidratados e de ótima qualidade quando comparada com outros métodos de secagem (DEVAHASTIN, 2004).

3.3.2 Liofilização

A liofilização é um importante processo industrial para secagem de alimentos, partes de materiais cirúrgicos, farmacêuticos e outros, os quais têm estrutura interna ou composição química sujeitas à degradação térmica. É um processo de separação. A liofilização constitui um processo de desidratação em que a água do produto submetida ao prévio congelamento passa diretamente do estado sólido para o gasoso (sublimação), em condições especiais de temperatura e pressão. Para que isso ocorra, é necessário que a pressão de vapor e a temperatura da camada de gelo sublimável estejam abaixo do ponto tríplice da água. O vapor libertado pela sublimação é captado pelo condensador, que deve estar a uma temperatura mais baixa do que o produto a ser liofilizado (BOSS, 2004; KING, 1988).

Como se utiliza baixas temperaturas, o processo de liofilização tem as seguintes vantagens, quando comparado com o método convencional de secagem: a estrutura do material é mantida, a umidade é removida a baixas temperaturas (reduz as taxas de transporte), aumento da estabilidade do produto durante a estocagem, a minimização de várias reações de degradação devido à fácil transição de material hidratado para desidratado (BOSS, 2004).

Um fator proeminente é a estrutura rígida proporcionada pelo congelamento da superfície do material onde ocorre a sublimação. Essa rigidez é importante para prevenir colapsos da matriz sólida após a secagem. O resultado é um poro que permite fácil reidratação quando se adiciona água. Outro benefício da liofilização é o processo ocorrer à baixa temperatura e ter uma rápida transição de material hidratado para desidratado. Essa rápida transição minimiza várias reações de degradação que ocorrem durante a secagem como a reação de Maillard, desnaturação de proteínas e reações enzimáticas (LIAPIS; MILLMAN; MARCHELLO, 1985).

As baixas temperaturas envolvidas ajudam a minimizar essas reações e reduzir taxas de transporte em que se perde o sabor e o aroma da espécie por volatilidade. Além disso, como a liofilização requer apenas o aquecimento suave; permite que as características nutritivas e sensoriais do produto final sejam muito similares às do alimento fresco. Outra vantagem do processo de liofilização é o aumento da estabilidade do produto durante a estocagem, além da possibilidade de armazenamento e transportado à temperatura ambiente (BOSS, 2004).

A melhor forma de embalar o produto liofilizado é sem umidade atmosférica. Em casos extremos embala-se o produto secado com a proteção de gases como nitrogênio e o dióxido de carbono. Se corretamente processado e mantido sob condições adequadas, o produto pode ser guardado por um estágio quase ilimitado de tempo enquanto mantém suas propriedades físico-químicas,

biológicas e organolépticas, e ainda mantém-se disponível a qualquer momento para imediata reconstituição (BOSS, 2004).

3.4 Emulsão

Emulsão é um sistema heterogêneo que consiste em um líquido imiscível, completamente difuso em outro, na forma de gotículas ou glóbulos com diâmetro de 0,1 a 10 μm . A formação de uma emulsão, portanto, requer energia para manter as gotículas dispersadas na fase contínua. Deduz-se, no entanto, que isso é termodinamicamente desfavorável e, por esse motivo, tal processo mostra estabilidade mínima, que pode ser aumentada pela adição de agentes tensoativos de superfície (ARAÚJO, 1995; JAFELICCI JÚNIOR; VARANDA, 1999; SHAW, 2000).

Quando dois líquidos imiscíveis são colocados em contato, existe a tendência para um dos líquidos tornar-se disperso no outro, na forma de glóbulos finitos, desde que haja alguma força mecânica atuando. Quando retirada, no entanto, os dois líquidos puros irão se separar, então chama-se de emulsão os sistemas que assim persistem por um período de tempo razoável (LYSSANT, 1974).

Em quase todas as emulsões uma fase é a água e a outra é um líquido apolar, em geral, um óleo. Se o óleo é a fase dispersa, a emulsão é denominada do tipo óleo em água (O/A); se o meio aquoso é a fase dispersa tem-se uma emulsão do tipo água em óleo (A/O) (Figura 2). As emulsões são importantes pela sua frequência em alimentos de grande consumo, como ilustra a Figura 3 (BOBBIO; BOBBIO, 1995).

As emulsões são, portanto dispersões de um líquido em outro líquido. Segundo Fennema (2007) as variáveis mais importantes para determinar as propriedades de emulsão são:

1. O tipo da emulsão, isto é, o/a ou a/o. Determina, entre outras coisas, com que líquido a emulsão pode ser diluída. Muitos alimentos são emulsões o/a como leite, produtos lácteos, molhos e sopas. Alimentos que são verdadeiramente emulsões a/o dificilmente existem.

2. Distribuição do tamanho das gotas.
3. Fração de volume da fase dispersa. Na maioria dos alimentos essa fração encontra-se entre 0,01 e 0,4. A fração de volume exerce um grande efeito sobre a viscosidade da emulsão variando entre um líquido fino a uma espécie de pasta com o aumento da fração de volume.
4. Composição e espessura da camada superficial ao redor das gotículas que determina as propriedades interfaciais e as forças de interação coloidais.
5. Composição da fase contínua.

A propriedade física mais importante das emulsões, do ponto de vista tecnológico, é sua estabilidade. Comumente, o termo “estabilidade da emulsão” se refere à capacidade de uma emulsão resistir a mudanças nas suas propriedades físico-químicas ao longo do tempo (MCCLEMENTS, 1999).

As gotículas da fase dispersa estão em contínuo movimento aleatório na emulsão. O choque entre as gotículas pode causar a sua junção, levando à formação de glóbulos maiores que, finalmente, pode levar a fase dispersa a tornar-se fase contínua, separada da dispersão por uma única interface. O tempo necessário para ocorrer a quebra da emulsão ou separação de fases varia desde poucos segundos até vários anos, dependendo da formulação da emulsão e das condições de preparação da mesma (SCHWAB et al., 1988).

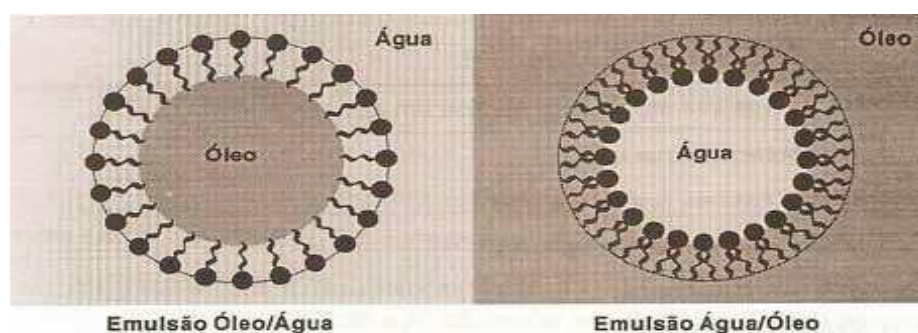


Figura 2 Fases da emulsão

Fonte: Araújo (1995)

Alimentos	Tipo de emulsão
Leite	O*/A*, estabilizada por fosfolipídeos e proteínas.
Creme	
Manteiga	
Margarina	A/O, estabilizada por fosfolipídeos, proteínas e aditivos emulsionantes sintéticos.
Maionese	A/O, estabilizada por proteínas, fosfolipídeos e polissacarídeos.
Massa de bolo	
Sorvete	O/A, estabilizada por proteínas, fosfolipídeos e polissacarídeos.
Mousse	

O*: Óleo; A*: Água

Figura 3 Principais tipos de emulsão em alimentos

Fonte: Bobbio e Bobbio (1995)

Emulsões para alimentos podem se tornar instáveis devido a diversos mecanismos físico-químicos, como os processos de separação devido à ação da gravidade, flotação/sedimentação, floculação, coalescência, amadurecimento de Ostwald e inversão de fase (Figura 4) (DICKINSON, 1992; FRIBERG; LARSSON; SJOBLUM, 2004; GUZEY; MCCLEMENTS, 2006).

- Separação das fases por sedimentação ou flotação: as gotas dispersas têm densidade diferente da fase dispersante, e, por isso, pela ação da força da gravidade podem se mover para cima (flotação) ou para baixo (sedimentação) ocorrendo a separação. A velocidade com que se produz é diretamente proporcional ao tamanho das gotas da fase dispersa e inversamente proporcional à viscosidade da fase contínua ou dispersante (ORDÓÑEZ, 2005).

- Floculação: as gotas se unem umas às outras, ficando separadas por uma camada finíssima da fase contínua. Isso ocorre devido à supressão das cargas elétricas, com a conseqüente inibição das repulsões eletrostáticas. Mediante a floculação, aumenta-se o tamanho aparente das gotas e, portanto, a velocidade de sedimentação. Os glóbulos movem-se como um conjunto, em vez de individualmente. A floculação não implica na ruptura da película interfacial que envolve o glóbulo e, portanto, não se deve esperar mudança no tamanho dos glóbulos originais (ORDÓÑEZ, 2005).

- Coalescência das gotas: ocorre a junção das gotas aumentando o tamanho real das mesmas, podendo-se chegar à separação das duas fases em duas camadas por uma interface de superfície mínima. Implica, portanto, a ruptura da película interfacial. Esse mecanismo resulta do enfraquecimento e ruptura do filme líquido entre as gotas, com a perda da identidade de cada gota e por fim com a separação visual do óleo (TADROS, 2004). Embora a coalescência resulte de mudanças microscópicas significantes na condição da fase dispersa (ex.: mudanças no tamanho médio de gotícula e distribuição), ela pode não resultar imediatamente numa alteração macroscópica aparente do sistema. A separação de fases, por outro lado, é macroscopicamente aparente, e é uma consequência do processo microscópico de coalescência da gota (MYERS, 1999).

- Envelhecimento de Ostwald: processo em que as gotas maiores crescem à custa das menores por difusão, ou seja, devido à transferência de massa, da fase dispersa através da fase contínua (MCCLEMENTS, 2005). Esse mecanismo, que também pode ser denominado desproporcionamento, pode ocorrer quando a solubilidade do óleo é significativa. Nesse caso, as gotas menores, que possuem uma solubilidade bem maior do que as gotas maiores tendem a se dissolver durante o armazenamento e a se depositarem nas gotas maiores, que crescem continuamente (MCCLEMENTS, 2005; TADROS, 2004).

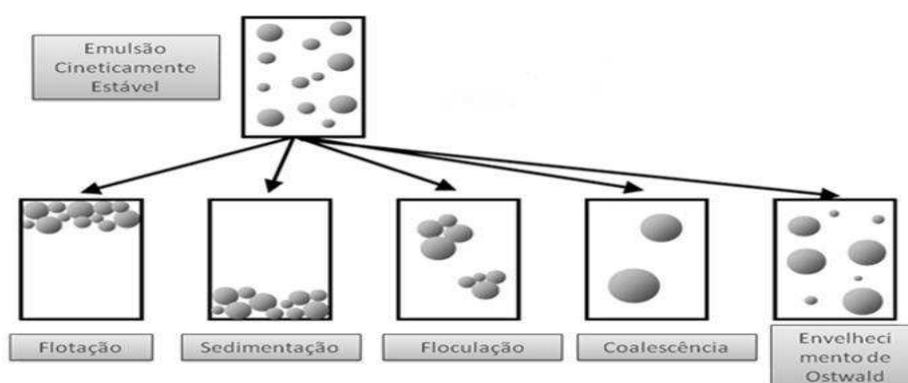


Figura 4 Mecanismos de desestabilização da emulsão alimentícia.

Fonte: Ordóñez (2005)

A formação e estabilização de emulsões de substâncias não miscíveis entre si permitem a obtenção de produtos estáveis cuja homogeneização facilita o processo industrial e os aspectos sensoriais dos alimentos. A propriedade de um emulsificante consiste em obter uma fina dispersão e, a de um estabilizante a de manter uma dispersão fina de duas ou mais fases diferentes. Na prática, contudo, é difícil distinguir a emulsificação da estabilização (SANTOS, 2008; SIERAKOWSKI, 1988).

A estabilidade das emulsões é facilitada pela presença de agentes emulsionantes, que podem ser desde tensoativos (surfactantes ou detergentes), proteínas ou sólidos finamente divididos (SCHWAB et al., 1988). O agente emulsionante atua reduzindo a tensão interfacial, diminuindo a energia na superfície entre as duas fases e permitindo que novas superfícies sejam criadas quando energia é incorporada ao sistema, assim permite a formação de um maior número de gotículas e previne a coalescência das partículas através da formação de barreiras esféricas e eletrostáticas (BERNHEIMER; AVIGAD, 1970; FELLOWS, 2006).

Quase todos os agentes emulsificantes são caracterizados por serem moléculas ambifílicas (Figura 5), ou seja, a mesma molécula tem uma parte polar e uma parte apolar. A parte polar é chamada hidrofílica sendo a parte solúvel em água, geralmente consiste em um grupo dissociável ou grupos hidroxilados e a parte apolar é chamada de lipofílica ou hidrofóbica, consiste em uma cadeia alquila longa interagindo com a fase lipídica. Sendo assim, os emulsificantes servem para compatibilizar a mistura de água com óleos, fazendo pontes entre esses componentes, orientando-se com a terminação polar na fase aquosa e a não polar na fase oleosa formando emulsões. Alguns importantes agentes emulsificantes são os sabões, detergentes, goma arábica, saponinas, óleos sulfonados, lecitinas, proteínas entre outros (BASF, 2004; FELLOWS, 2006; JAMIESON, 1932).

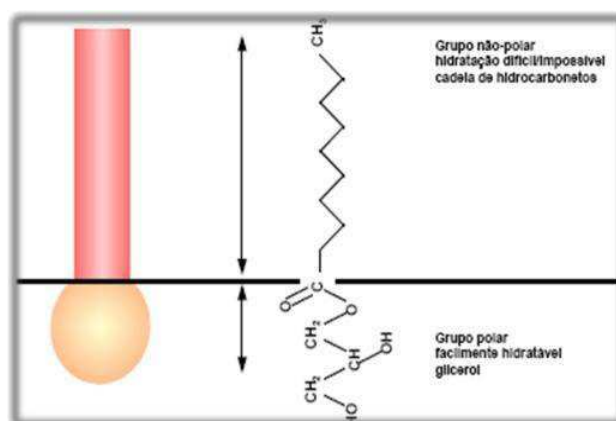


Figura 5 Característica anfifílica do emulsificante

Quando adicionamos emulsificante a uma emulsão alimentícia contendo água e óleo é formado na interface dos dois componentes um filme pelas moléculas do emulsificante orientadas de acordo com a sua polaridade. Esse filme irá reduzir a tensão interfacial entre os líquidos. Dessa forma os líquidos imiscíveis poderão ser dispersos um no outro, através da agitação e formação de micelas (Fig.6) (FOOD INGREDIENTS BRASIL, 2013).

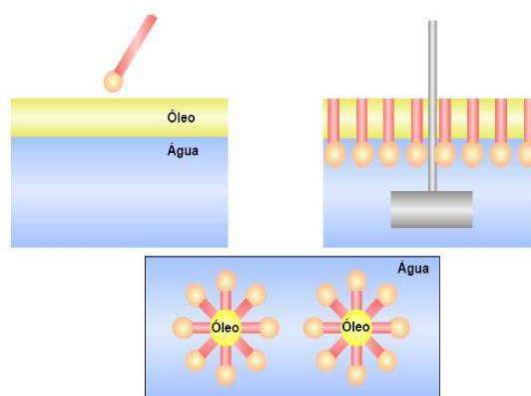


Figura 6 Etapas da estabilização de uma emulsão contendo água e óleo quando adicionado um agente emulsificante

Fonte: EMULSIFICANTES... (2004)

Segundo Sherman (1968) as características desejáveis de um agente emulsificante são: (1) reduzir suficientemente a tensão interfacial; (2) adsorver-se rapidamente sobre as gotículas dispersas para formar um filme que não irá destruir-se quando duas gotas colidirem; (3) apresentar uma estrutura molecular específica com a extremidade polar atraída para a água e a extremidade não polar atraída para o óleo; (4) ser mais solúvel na fase contínua para estar prontamente disponível para adsorção; (5) apresentar um potencial eletrocinético adequado e (6) afetar a viscosidade da emulsão. Além disso, ele deve ser eficiente em baixas concentrações e relativamente barato.

Devido às suas propriedades de texturização, polissacarídeos e as suas misturas são amplamente utilizados para controlar as propriedades reológicas de emulsões água-em-óleo, contribuindo assim para a estabilidade da emulsão. Os principais polissacarídeos estabilizadores empregados em emulsões alimentares são amido nativo ou modificado, galactanas e goma xantana, uma vez que são bons agentes de espessamento das soluções aquosas aumentando a viscosidade da fase aquosa até que ela se iguale ou se eleve levemente em relação à fase oleosa. A sua eficiência para aumentar tanto a viscosidade e a estabilidade da emulsão depende da concentração e da estrutura do polímero (MCCLEMENTS, 1999; SIERAKOWSKI, 1982).

Segundo Araújo (1995) os emulsificantes podem ser classificados por sua carga em emulsificantes iônicos e emulsificante não iônicos. Os emulsificantes iônicos são responsáveis por estabilizarem emulsões do tipo óleo/água. Na interface os grupos alquila interagem com as gotículas de óleo, enquanto os grupos finais carregados se projetam para a fase aquosa. O envolvimento de íons contrários forma uma camada dupla, que previne a agregação das gotículas do óleo (Figura 7).

Os emulsificantes não iônicos são orientados na superfície das gotículas do óleo com a proporção polar projetada para a fase aquosa (Figura 8).

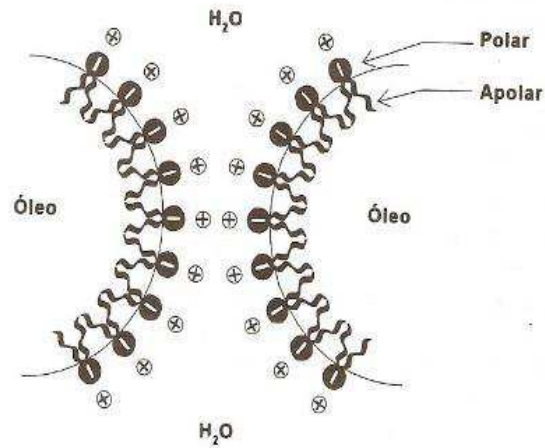


Figura 7 Atividade do emulsificante iônico (emulsão O/A)
Fonte: Araújo (1995)

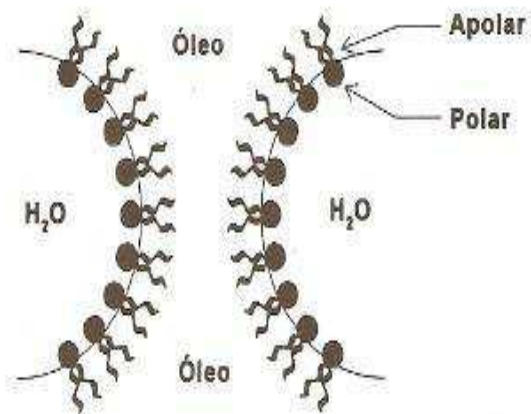


Figura 8 Atividade do emulsificante não-iônico (emulsão A/O)
Fonte: Araújo (1995)

As proteínas são chamadas de moléculas tensoativas e podem se orientar de tal forma que seus extremos hidrófobo e hidrófilo se colocam nas superfícies da interface óleo/água, respectivamente. O acúmulo dessas moléculas na interface diminui a tensão superficial. Além disso, as proteínas podem aumentar a viscosidade da fase dispersa ou se adsorver na interface (proteínas solúveis em água), formando uma barreira na fase da coalescência. As proteínas são emulsificantes preferenciais para as emulsões alimentícias o/a, pois elas são comestíveis, solúveis em água, ativas na superfície e proporcionam resistência superior à coalescência (ORDÓÑEZ, 2005).

Os eletrólitos minerais também podem ser usados como agentes emulsificantes proporcionando cargas eletrostáticas às gotas dispersas para aumentar a repulsão entre elas. Exemplos de emulsões alimentares comercializadas são: margarinas, sorvetes, flans, sobremesas instantâneas, sopas, molhos para salada, catchup, maionese, creme de leite, salsicha, entre outros (ORDÓÑEZ, 2005).

3.4.1 Caracterização microestrutural das emulsões

De acordo com Jilavenkatesa, Dapkunas e Lin-Sien (2001), a análise da emulsão necessita de dois parâmetros importantes: diâmetro de gota da fase dispersa e sua concentração. Esses dois parâmetros possuem relação com a viscosidade, estabilidade e coalescência. Existem várias formas de caracterizar emulsões, sendo uma das mais importantes, a análise do tamanho das gotículas. Essa análise pode ser feita a partir de microscópio ótico e fornece informações a respeito da estabilidade, pois a partir dela pode-se prever os possíveis mecanismos de separação. Além disso, após um período de tempo pode fornecer informações a respeito das alterações que ocorreram na emulsão.

No caso de uma possível separação por ação da gravidade ou floculação não há perda da identidade individual de cada gota, porém no caso de uma possível

coalescência ou envelhecimento de Ostwald, há um aumento no tamanho médio de partículas. Emulsões que apresentam grandes gotas geralmente resultam em sistemas com pouca estabilidade devido à flotação/sedimentação. Já um tamanho menor de gotas tende a reduzir a flotação/sedimentação (WALSTRA, 2003).

Quando todas as gotículas em uma emulsão têm o mesmo tamanho, diz-se que ela é monodispersa, e o raio ou diâmetro da gota pode ser usado para caracterizar a emulsão. Na prática, emulsões para alimentos contêm uma variedade de tamanhos de gotas diferentes e são referidas como sendo polidispersas. Uma emulsão polidispersa é caracterizada pela sua distribuição de tamanho de partícula que define a concentração de gotas em diferentes classes de tamanhos. Emulsões polidispersas podem ser caracterizadas também como sendo monomodais, bimodais ou multimodais, dependendo da quantidade de picos na distribuição do tamanho de partícula (MCCLEMENTS, 1999, 2005).

O grande número de gotículas na maioria das emulsões para alimentos mostra que a distribuição do tamanho de gotícula pode ser considerada contínua. No entanto, geralmente é mais conveniente apresentar uma distribuição de tamanho de gotícula como um histograma ou uma tabela dividindo-se a distribuição em um número de classes e colocando a concentração das gotículas em cada classe de tamanho (MCCLEMENTS, 1999; WALSTRA, 2003).

Na prática, é importante ter conhecimento da distribuição completa de tamanho de partícula, uma vez que este contém informações sobre as características de todas as partículas presentes, e sobre a possível origem e natureza de qualquer instabilidade no sistema. No caso de uma possível separação por ação da gravidade ou floculação não há perda da identidade individual de cada gota, porém no caso de uma possível coalescência ou envelhecimento de Ostwald, há um aumento no tamanho médio de partículas. No entanto, em algumas situações, é mais conveniente usar, para representar essa distribuição de tamanho de partícula, uma medida de tendência central e uma medida da dispersão da distribuição. A média, mediana ou

tamanho de partícula modal são muitas vezes utilizados como medidas de tendência central, enquanto que o desvio padrão relativo é frequentemente utilizado como uma medida da dispersão da distribuição (WALSTRA, 2003).

➤ **Microscopia ótica**

Técnicas de microscopia e imagem são as técnicas mais adequadas para avaliar a estrutura de alimentos, porque elas são os únicos métodos analíticos que produzem resultados em forma de imagens ao invés de números (KAL; ALLAN-WOJM; MILLER, 1995).

A microscopia (microscópio ótico, eletrônico e de varredura) é usada quando se estuda a estrutura dos alimentos obtendo-se uma descrição qualitativa da estrutura das amostras. Técnicas de localização podem ser usadas junto aos microscópios, para determinar a distribuição de elementos estruturais, macromoléculas e elementos de interesse nas amostras (KAL; ALLAN-WOJM; MILLER, 1995).

Microscópio óptico ou de luz, é formado pelo conjunto de lentes objetivas e oculares. A objetiva, a primeira lente e a que está mais próxima do objeto, capta a luz filtrada pelo condensador e projeta uma imagem real, invertida e aumentada da estrutura. A lente ocular aumenta a imagem projetada pela objetiva, para ser captada pelo olho do observador. A unidade de medida em microscopia ótica é o micrometro (μm) (PARREIRA; SOARES, 2009).

O Sigman Scan é um programa computacional, que possibilita a análise de imagens sendo uma poderosa ferramenta de análise de imagem para uma ampla gama de aplicações, fornecendo uma análise de dados a partir de uma coleção de imagens. Essa ferramenta de análise de imagem tem infinitas aplicações científicas, incluindo: contagem de células e triagem, análise de superfície, distribuição de gotículas, entre outros (Manual Sigman Scan Pro 5.0).

➤ **Microscopia de Fluorescência**

Fluorescência é a emissão de luz a partir de um estado excitado singlete, no qual o elétron excitado não muda a orientação de spin, continuando desemparelhado. Consequentemente, o retorno ao estado fundamental é permitido e ocorre rapidamente via emissão de um fóton (VALEUR, 2002).

Na microscopia de fluorescência, à luz de um comprimento de onda específico é absorvida por moléculas específicas que estão presentes na amostra, e a energia é transmitida na forma de luz, de um comprimento de onda maior para um comprimento de onda de menor intensidade (fluorescência). Os microscópios de fluorescência mais versáteis usam luz incidente ou epi-iluminação, em vez de luz transmitida (KAL; ALLAN-WOJM; MILLER, 1995).

Muitos componentes de alimentos de origem vegetal e animal apresentam fluorescência inerente (autofluorescência). Nas plantas, esses incluem pigmentos (por exemplo, clorofila e carotenoides), e compostos fenólicos de alta e baixa massa molecular (por exemplo, lignina e ácido ferulico). Em tecidos animais, as principais fontes de autofluorescência são osso, cartilagem, colágeno, elastina e algumas gorduras. Outros ingredientes, tais como vitaminas e aromatizantes ou temperos também são fluorescentes. Além da autofluorescência, existe uma grande variedade de substâncias chamadas de fluoróforos, que funcionam como corantes dos componentes de interesse e são visíveis apenas quando visualizados no microscópio (KAL; ALLAN-WOJM; MILLER, 1995).

Os fluorocromos podem ser divididos em duas grandes classes – os intrínsecos e os extrínsecos, sendo os intrínsecos aqueles que emitem luz naturalmente e os extrínsecos aqueles adicionados à amostra para desempenharem a função. Os fluoróforos emitem luz geralmente na faixa de comprimentos de onda do espectro visível, ou seja, entre o infravermelho e o

ultravioleta. Alguns dos fluorocromos típicos são a quinina, a fluoresceína, a rodamina, o Vermelho do Nilo e o calcoflúor. Fluoresceína e rodamina são fluorocromos usados para análises de proteínas (VALEUR, 2002).

3.5 Reologia

A reologia criada em 1928 por E. C. Bigham é a ciência que estuda o escoamento e a deformação de materiais. As determinações reológicas permitem, assim, obter informações sobre a forma como um determinado material reage quando sujeito a uma solitação de caráter mecânico, que é, no fundo, a expressão da sua estrutura que resulta, por sua vez, da sua composição química, das diferentes interações entre os seus vários componentes e do processamento a que foi sujeito (ALVES, 2003).

Na área alimentar, a reologia é uma área de conhecimento que tem desempenhado um papel cada vez mais importante, quer do ponto de vista fundamental quer do ponto de vista prático. Do ponto de vista fundamental, de forma a permitir uma melhor compreensão do comportamento mecânico dos produtos alimentares, nem sempre fácil de prever e interpretar, como consequência da complexidade da sua composição e dos processos a que são submetidos. Com o aumento da competitividade internacional, vários tipos de sistemas proteína/polissacarídeo vêm sendo utilizados na indústria alimentícia de forma inovadora, uma vez que, são esses dois tipos de biopolímeros os responsáveis pelo edifício estrutural dos alimentos, como resultado das interações que estabelecem entre si e com os outros componentes do sistema. Contudo, a natureza exata das interações nesses sistemas é, ainda hoje, objetivo de debate, nele a reologia vem desempenhado um papel determinante (CASTRO, 2003).

Do ponto de vista prático, devido às suas implicações tecnológicas, como, por exemplo, no melhoramento e controle das propriedades funcionais de produtos convencionais e no desenvolvimento de novos produtos, para um produto alimentar

ser aceito pelos consumidores, cada vez mais exigentes, terá que reunir determinadas propriedades mecânicas/sensoriais. Estas são determinantes, por exemplo, na aceitabilidade de vários produtos alimentares, onde a avaliação objetiva dessas características é do domínio da reologia (CASTRO, 2003).

O conhecimento do comportamento reológico dos alimentos é útil não somente para o controle de qualidade do produto, mas principalmente para o dimensionamento de sistemas de tubulação, trocadores de calor, filtros, bombas, avaliar a textura dos produtos em relação a parâmetros sensoriais, determinar a relação de ingredientes no desenvolvimento de novos produtos, entre outros. O comportamento reológico dos materiais é muito variado e complexo. Além da natureza do material esse comportamento pode se diferenciar dependendo das condições a que o material encontra-se submetido, sendo o nível de tensão, velocidade de deformação, tempo e temperatura determinantes nesse comportamento (STEFFE, 1996; VASQUES, 2003).

Os materiais, segundo Schramm (2006), podem ser sólidos ideais ou fluidos ideais. Os sólidos ideais são aqueles que se deformam elasticamente, e a energia requerida para a deformação é completamente recuperada quando a tensão é removida. Já os fluidos ideais são os líquidos e gases que se deformam irreversivelmente, fluem; e a energia requerida para a deformação é dissipada sob a forma de calor e não pode ser recuperada pela remoção da tensão. Os corpos reais não são nem sólidos ideais e nem fluidos ideais. A grande maioria dos materiais apresenta um comportamento reológico que os classifica entre sólido e líquido: são elásticos e viscosos, portanto, chamados de viscoelásticos.

A viscosidade é a propriedade associada à resistência que o fluido oferece à deformação por cisalhamento. De outra maneira, pode-se dizer que a viscosidade corresponde ao atrito interno nos fluidos devido, basicamente, às interações intermoleculares, sendo, em geral, função da temperatura (LIVI, 2004).

A viscosidade de um fluido não é uma propriedade que pode ser medida diretamente, portanto a força, o torque e a rotação a que o fluido está submetido é que fornecem o valor da viscosidade através de modelos desenvolvidos para tratar esses dados. Para fluidos newtonianos a viscosidade é obtida através de uma única medida de tensão de cisalhamento e taxa de deformação. Porém, para identificar se um fluido é newtoniano ou não newtoniano são necessários vários dados de tensão de cisalhamento nas correspondentes taxas de deformação, para então se avaliar o comportamento de um fluido e adotar um modelo de comportamento reológico (STEFFE, 1996).

De acordo com o seu comportamento os fluidos podem ser classificados como Newtonianos e não Newtonianos, conforme ilustra a Figura 9. Os fluidos que seguem fluxo newtoniano incluem água, etanol, benzeno, éter etílico, glicerina e óleo de mamona, já os fluidos não newtonianos incluem pastas, gomas, emulsões, massas e argilas, sendo a classificação da maioria dos fluidos alimentícios.

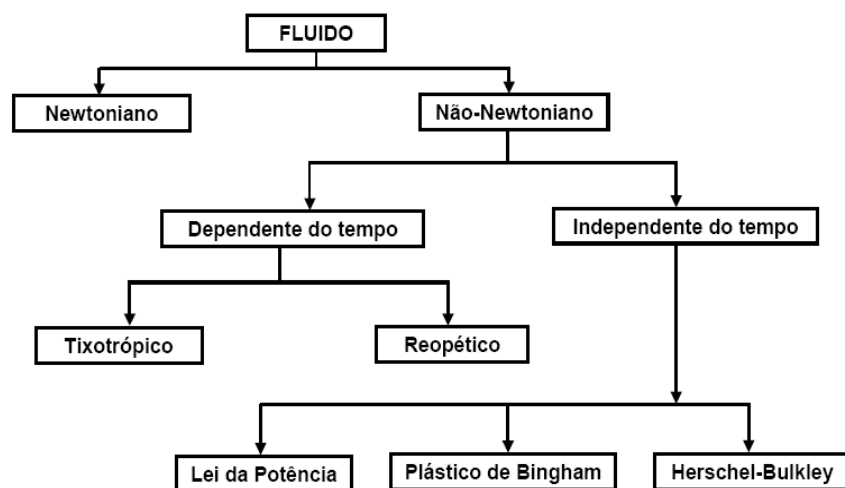


Figura 9 Classificação do comportamento reológico de fluidos

Fonte: Sato (2009)

Segundo Van Wazer (1966) o termo “viscosidade” é usado somente para fluidos Newtonianos. No caso das emulsões analisadas, que foram classificadas como fluidos não Newtonianos, a viscosidade é avaliada a uma dada taxa de deformação e é denominada “viscosidade aparente”. Segundo Vasques (2003) o conceito de viscosidade aparente não é muito útil para projetos, já que varia com a taxa de deformação. Entretanto, é um dado procurado pelas indústrias para controle de qualidade dos produtos.

➤ Fluidos Newtonianos

As propriedades reológicas de fluidos newtonianos são independentes da taxa de cisalhamento e do histórico anterior de cisalhamento, e dependentes somente da composição e temperatura (VIDAL, 2000). Para um fluido newtoniano ideal, a tensão de cisalhamento é uma função linear da taxa de cisalhamento, e a constante de proporcionalidade para essa relação μ é chamada de viscosidade newtoniana. Muitos alimentos, como leite, suco de maçã, suco de laranja, vinho e cerveja exibem um comportamento newtoniano (SHARMA; MULVANEY; RIZVI, 2000).

Os fluidos que seguem a Lei de Newton da viscosidade, ou seja, apresentam uma relação linear entre a tensão de cisalhamento (σ) e a taxa de deformação ($\dot{\gamma}$) conforme a equação 1:

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

em que, η = viscosidade do fluido (Pa.s).

➤ Fluidos não Newtonianos

Fluidos não newtonianos são caracterizados como todo o fluido cuja relação entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação não for linear e/ou não passar pela origem, podendo ser classificados como dependentes ou

independentes do tempo. No primeiro caso, a viscosidade aparente do fluido varia tanto com a taxa de deformação quanto com a duração de sua aplicação, podendo ser classificados como tixotrópicos ou reopéticos. A diminuição da viscosidade aparente com o tempo de cisalhamento, a uma condição constante de temperatura e taxa de deformação, caracteriza um material tixotrópico, enquanto que fluidos que têm a sua viscosidade aparente aumentada com o tempo são denominados reopéticos. Grande parte dos fluidos alimentícios como pastas de frutas e vegetais, “*ketchup*”, mostarda e comida de bebê apresentam comportamento tixotrópico (BARBOSA-CÁNOVAS; IBARZ; PELEG, 1993; CHOI; YOO, 2004).

Para fluidos não newtonianos o termo viscosidade é substituído por η_{ap} que é a viscosidade aparente e é função do gradiente de velocidade (VIDAL, 2000), conforme equação 2:

$$\eta_{ap} = \frac{\sigma}{\gamma} \quad (2)$$

em que: η_{ap} = Viscosidade aparente (Pa.s),
 σ = Tensão de cisalhamento (N.m⁻² = Pa),
 γ = Taxa de cisalhamento (s⁻¹).

➤ Fluidos Pseudoplásticos

Neste grupo encontra-se a maioria dos fluidos de componentes de comportamento não newtoniano. São fluidos independentes do tempo, sem tensão residual, que começam a escoar sob a ação de tensões de cisalhamento infinitesimais (VIDAL, 2000).

Esse tipo de fluido demonstra um decréscimo na viscosidade com um aumento na tensão de cisalhamento (MCCLEMENTS, 2005), sendo que a taxa de cisalhamento *versus* a tensão de cisalhamento forma uma linha convexa (SHARMA; MULVANEY; RIZVI, 2000). Esses fluidos em repouso apresentam um estado desordenado, e quando submetidos a uma tensão de cisalhamento,

suas moléculas tendem a se orientar na direção da força aplicada. Quanto maior a tensão aplicada, maior será a ordenação. Consequentemente, a viscosidade aparente será menor (HOLDSWOETH, 1971).



Figura 10 Representação esquemática de um fluido (1) Fluido em repouso (2) Fluido após a aplicação de uma taxa de cisalhamento

Fonte: Schramm (2006)

Alguns exemplos de fluidos pseudoplásticos são: sucos de frutas concentrados, purê de maçã, pasta de amido e proteínas (RHA, 1978). Em geral, os purês de frutas e vegetais são fluidos pseudoplásticos. A consistência desses produtos é um importante parâmetro de qualidade industrial (IBARZ; BARBOSA-CANOVAS, 1996).

➤ Fluidos Dilatantes

Os fluidos dilatantes apresentam o comportamento inverso ao fenômeno da pseudoplasticidade, ou seja, a viscosidade do fluido aumenta à medida que aumenta a taxa de cisalhamento. Esse tipo de fluxo somente é encontrado em líquidos que contêm uma alta proporção de partículas rígidas insolúveis em suspensão (BOURNE, 2002). Alguns tipos de mel e suspensões de amido se enquadram nessa categoria (SHARMA; MULVANEY; RIZVI, 2000; STEFFE, 1996).

➤ Fluidos de Bingham

Segundo Mc Clements (2005), o fluido de Bingham se comporta como um sólido sob condições estáticas. Certa quantidade de força deve ser aplicada antes que o fluxo seja induzido (tensão inicial). Alguns exemplos de fluidos alimentícios que representam esse comportamento são: molhos de tomate, maionese, clara de ovo batida e margarina (BOURNE, 2002). Na figura 11, temos as curvas de escoamento dos fluidos independentes do tempo, podendo estes apresentar ou não tensão residual para o início do escoamento.

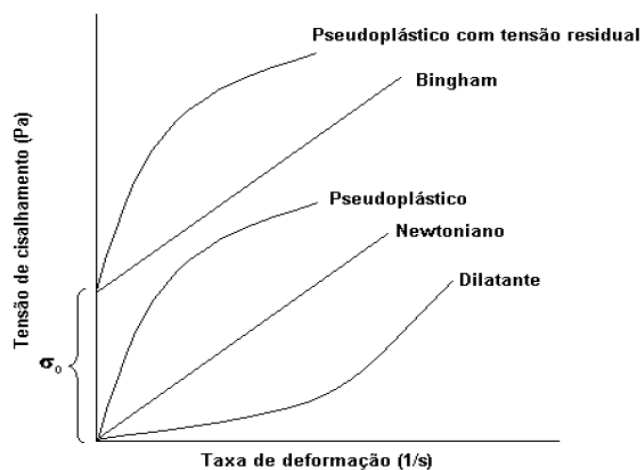


Figura 11 Curva de escoamento para vários tipos de fluidos independentes do tempo
Fonte: Sato (2009)

➤ Fluidos Tixotrópicos

Fluidos desse grupo apresentam um comportamento reológico dependente do tempo. Um fluido tixotrópico é aquele no qual a viscosidade aparente diminui com o tempo quando o fluido é submetido a uma taxa de cisalhamento constante. Fluidos desse tipo são conhecidos por conter pequenas partículas (cristais ou biopolímeros) que são mantidos juntos por forças fracas. O

cisalhamento do material separa as partículas agregadas e então ocorre uma menor resistência ao escoamento e a viscosidade decresce com o tempo até um valor constante ser alcançado (MCCLEMENTS, 2005).

A existência de tixotropia revela a existência de uma estrutura interna que após a destruição a que é sujeita pela tensão de corte, não se refaz do mesmo modo como existia inicialmente, no tempo de análise considerado. Esse comportamento revela a existência de elasticidade dos materiais, a quantidade de energia acumulada e dissipada pelo sistema, como resultado da deformação, não é igual (ALVES, 2003).

As propriedades reológicas dos materiais viscoelásticos são também, normalmente, descritas a partir do módulo complexo dinâmico (G^* em Pa) como demonstrado a Equação 3:

$$G^* = G' + i \cdot G'' \quad (3)$$

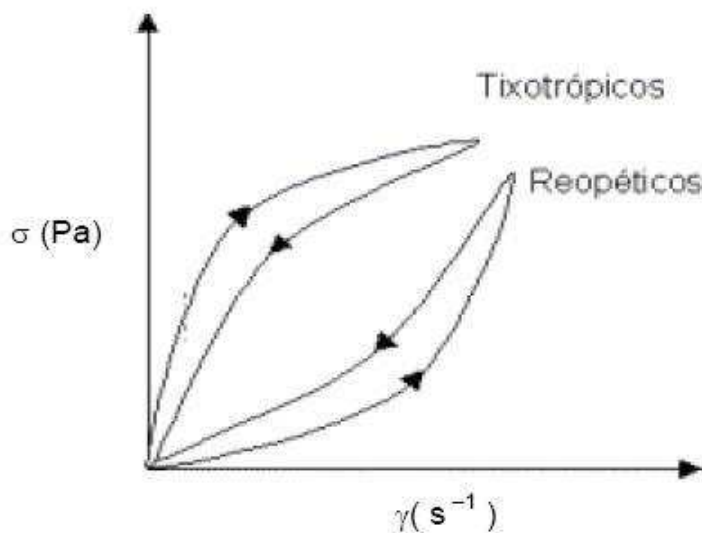


Figura 12 Curva de escoamento de fluidos dependentes do tempo
Fonte: Haminiuk (2007)

➤ Fluidos Viscoelásticos

Muitos produtos alimentícios não são líquidos puros ou sólidos puros, mas possuem propriedades reológicas que são parcialmente viscosas e parcialmente elásticas (MCCLEMENTS, 2005). Quase todas as soluções, de polímeros, mesmo diluídas, apresentam comportamento viscoelástico, e muitas vezes, esse comportamento não é detectado por instrumentos não preparados para essas medidas. Clara de ovo é o exemplo típico do comportamento viscoelástico (VIDAL, 2000).

De maneira geral, a maior parte dos alimentos mostra comportamento pseudoplástico e tixotrópico, ou seja, a viscosidade aparente diminui à medida que a taxa de deformação e o tempo de cisalhamento aumentam, devido à orientação das moléculas na direção do escoamento e à quebra de agregados, que tornam a resistência ao movimento cada vez menor como mostrado na figura 13 (BARNES; HERTTON; WALTER, 1989).

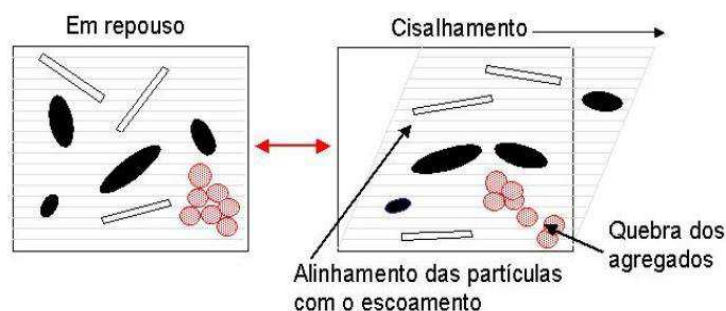


Figura 13 Efeito do cisalhamento sobre o comportamento de partículas e agregados
Fonte: Barnes, Hertton e Walter (1989)

Devido às grandes variações nas características dos fluidos, pesquisadores observaram curvas de escoamento obtidas experimentalmente, e através dessas curvas obtiveram modelos matemáticos que podem ser ajustados

para cada fluido específico descrevendo seu comportamento reológico. Os modelos reológicos são úteis para relacionar propriedades reológicas de um fluido com grandezas práticas, como concentração, temperatura, pH, índice de maturação, entre outros. Esses modelos podem ser isotérmicos ou não isotérmicos. No primeiro caso, descrevem o comportamento de um fluido a uma temperatura fixa, e no último, incluem relações específicas, como funções da temperatura. Dependendo do modelo utilizado, possuem ou não tensão inicial (VIDAL, 2000).

Na Figura 13 são representados as equações e os valores característicos dos parâmetros para as diferentes classificações dos fluidos, além dos exemplos mais encontrados dentro de cada classificação.

Classificação Do Fluido	Equação Constitutiva	σ_0	k	n	Exemplos Típicos
Herschel – Bulkley	$\sigma = \sigma_0 + k (\dot{\gamma})^n$	> 0	> 0	$0 < n < \infty$	Pasta peixe picado, pasta uva passa.
Newtoniano	$\sigma = k (\dot{\gamma})$	0	> 0	1	Água, leite, mel, suco de fruta clarificado.
Pseudoplástico	$\sigma = k (\dot{\gamma})^n$	0	> 0	$0 < n < 1$	Purê de banana, suco concentrado de laranja.
Dilatante	$\sigma = k (\dot{\gamma})^n$	0	> 0	$1 < n < \infty$	Suspensão 40% de amido de milho.
Plástico Bingham	$\sigma = \sigma_0 + k (\dot{\gamma})$	> 0	> 0	1	Pasta de dente, purê de tomate.
Casson	$(\sigma)^{0,5} = \sigma_0 + k (\dot{\gamma})^{0,5}$	> 0	> 0	0,5	Suspensões de partículas em meio newtoniano, como chocolate.

Figura 14 Classificação dos modelos reológicos aplicados a curvas de escoamento em ensaios estacionários

Fonte: Steffe (1996)

Emulsões, ou seja, as dispersões de gotículas de líquido em um líquido contínuo são objetos muito interessantes para investigações reológicas. Durante o século passado, os estudos de emulsões, sob deformação, foram o tema de vastos e

sistemáticos trabalhos teóricos e experimentais. Muitos cientistas e engenheiros participaram dessas investigações. O interesse persistente e incessante em compreender a natureza e as peculiaridades das propriedades reológicas das emulsões é determinado pelo desafio dado por numerosos e inesperados efeitos observados no fluxo de emulsões. Esse interesse também é motivado pelos problemas da indústria, que produz e consome centenas de milhares de toneladas de emulsões com diferentes constituições, propriedades e funções. Devido à grande abundância de compostos e a variação na natureza desses compostos, que compõem esses sistemas, cada emulsão se comporta de uma maneira diferente (DERKACH, 2009).

A análise das propriedades reológicas das emulsões apresenta similaridades e contradições com o comportamento de dispersões que são sistemas em que partículas sólidas estão dispersas em uma matriz líquida. Isso é natural, pois quando a viscosidade das gotículas de uma emulsão torna-se muito alta, essas formam suspensões, as quais são um caso limite entre emulsões e dispersões. Portanto, as duas teorias fundamentais utilizadas para suspensões representam a base da teoria e do tratamento dos dados experimentais para as emulsões (DERKACH, 2009).

Na formação das emulsões o agente emulsionante ou polímero necessário para estabilizar as gotas contra a coalescência também podem induzir interações atrativas, as quais afetam as propriedades reológicas. Acima de uma concentração crítica, por exemplo, o excesso de agentes emulsificantes pode afetar a forma das micelas ou gerar agregados constituídos inteiramente de moléculas desses compostos. Estes podem induzir uma atração entre as gotas da fase dispersa. Um novo parâmetro de escala adimensional, o "número de fluxo de exaustão" (Fl), descreve a viscosidade relativa de emulsões estabilizadas com tensoativos de determinada fração de volume, representando os efeitos do tamanho das gotas, a viscosidade da fase contínua e concentração de agente emulsificante. O número de fluxo de exaustão é a relação entre a energia necessária para separar as gotículas e a exaustão da energia que se opõe a essa separação (JASEN; AGTEROF; MELLEMA, 2001).

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Obtenção do ora-pro-nóbis

As folhas de ora-pro-nóbis frescas foram obtidas na cidade de Itutinga, MG. As folhas foram colhidas e transportadas em sacos de polietileno para o Laboratório de Refrigeração de Alimentos, do Departamento de Ciência dos Alimentos da Universidade Federal de Lavras. No laboratório as folhas foram selecionadas, lavadas, pesadas e armazenadas em sacos de polietileno selados em seladora, em porções de 1 Kg, prontas para serem submetidas ao processo de extração. O material foi então armazenado em freezer até a realização do experimento.

4.2 Extração dos hidrocoloides

O processo de extração dos hidrocoloides foi feito segundo o processo otimizado por Lima Júnior et al. (2013).

A etapa de secagem foi realizada por dois métodos diferentes, sendo eles, secagem em estufa a vácuo e em liofilizador.

- **Secagem em estufa a vácuo**

O material centrifugado foi colocado em placas de Petri e submetido à desidratação em uma estufa a vácuo (Marca Nova Ética modelo: 440-2D) com temperatura de $60\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ por 24 horas.

- **Liofilização**

O material centrifugado foi colocado em recipientes de vidro com tampas perfuradas, acondicionados em freezers por 24 horas a -18 °C para congelamento e submetidos a desidratação em liofilizador (marca Edwards, modelo: L4KR.) por 24 horas.

4.3 Preparo das gomas

Depois de obtido o produto em pó, pelos dois métodos de secagem, estes foram reconstituídos em diferentes concentrações.

4.3.1 Elaboração da goma

Foram preparadas gomas em seis concentrações diferentes: 0,50; 1,00; 1,50; 2,00; 2,50 e 3,00 (g de pó/ 100 g de goma) para cada método de secagem. As gomas foram preparadas com água destilada a 80°C, sendo agitadas por 30 minutos em agitador magnético e mantidas em BOD a 4°C por 24 horas para total hidratação.

4.4 Elaboração das emulsões

As emulsões foram preparadas contendo 10g de óleo de soja comercial (marca Mazola, fabricante *Cargill*) e 40g de goma. A amostra foi submetida a um agitador mecânico (Marca Ika Labortechnik, modelo RW.20) por 5 minutos e em seguida foi homogeneizada em um triturador (marca Tecnal, modelo TE102) na velocidade de 20500 rpm por 5 minutos.

4.5 Reologia

O estudo do comportamento reológico das emulsões foi feito utilizando-se o reômetro HAAKE RheoStress 6000 (marca Thermo Scientific) acoplado a um controlador de temperatura HAAKE UTM Controller (marca Thermo Scientific). As análises foram realizadas com placas paralelas com 34,997 mm de diâmetro com GAP de 1mm.

Nos ensaios oscilatórios, primeiramente foram realizadas varreduras de tensão para a determinação do intervalo de viscoelasticidade linear.

Com um valor de tensão fixo dentro do intervalo de viscoelasticidade linear, varreduras de frequência de 1,0 a 10 Hz foram efetuadas à temperatura de 20°C. Para a análise da tixotropia foram aplicadas rampas de rotação variando-se a taxa de deformação.

Foi realizada a análise da influência da temperatura na viscosidade aparente das emulsões, variando-se a temperatura de 10 a 90°C.

A análise do comportamento reológico das emulsões foi feita em todos os tratamentos, com duas repetições cada. Cada teste foi realizado em duplicata.

4.5.1 Tixotropia

A verificação da existência da tixotropia foi feita através da avaliação das curvas de escoamento obtidas variando-se a taxa de deformação ($\dot{\gamma}$) durante um período de tempo, mantendo-se a temperatura constante a 20°C.

A programação para quantificar o valor de tixotropia utilizada consiste em:

- (i) rampa de aumento de taxa de deformação de 0 a 300 (s^{-1}) por um período de 2 minutos;
- (ii) rampa de redução da taxa de deformação de 300 a 0 (s^{-1}) por um período de 2 minutos.

4.5.2 Curva de Fluxo

Para quebrar a tixotropia, eliminando a influência do tempo no comportamento do escoamento das emulsões, todas as amostras foram submetidas a uma faixa de taxa de deformação de 0 a 300 s^{-1} durante 2 minutos para curva de subida e 300 a 0 s^{-1} para a descida. Após esse procedimento foram geradas as curvas de fluxo para caracterização reológica das amostras.

A curva de fluxo foi obtida através de uma curva de escoamento variando-se a taxa de deformação de 0 a 300 s^{-1} durante um período de 2 minutos à temperatura de 20°C.

Os dados experimentais das curvas de fluxo (tensão de cisalhamento *versus* taxa de deformação) foram ajustados aos modelos reológicos Lei de Newton, Lei da Potência e *Herschell-Buckley*.

4.5.3 Varredura de frequência

A varredura de frequência foi realizada através de um teste oscilatório com tensão de cisalhamento fixa de 0,01 Pa variando-se a frequência entre 1 a 10 Hz. A tensão de cisalhamento de 0,01 Pa foi determinada através de pré-testes verificando-se a viscoelasticidade linear.

O teste de viscoelasticidade linear serve para mostrar a máxima tensão que se pode aplicar a um material sem que ocorra a ruptura da sua estrutura interna, isso porque na região viscoelástica linear, não é observada dependência da deformação e da tensão em relação à frequência.

A obtenção das leituras foi realizada de forma logarítmica.

4.5.4 Varredura de temperatura

A varredura de temperatura foi realizada entre as temperaturas de 10 e 90°C. Foi utilizado um teste oscilatório a uma tensão de cisalhamento controlada de 0,01 Pa e frequência de 1,00 Hz. A distribuição dos dados foi feita de forma linear.

4.6 Capacidade emulsificante

A capacidade de formação de emulsão foi determinada segundo Lima Júnior et al. (2013). Foi preparada uma emulsão contendo 10g de óleo de soja comercial (marca Liza, fabricante Cargill) e 40g de goma. A amostra foi submetida a um agitador mecânico (Marca Ika Labortechnik, modelo RW.20) por 5 minutos e em seguida foi homogeneizada em um triturador (marca Tecnal, modelo TE102) na velocidade de 20500 rpm por 5 minutos. A capacidade de emulsão foi determinada pela equação 4.

$$CE(\%) = \frac{\text{volume de emulsão}}{\text{volume total de fluido}} \times 100 \quad (4)$$

Em que o volume de emulsão é o volume após a agitação mecânica e homogeneização e o volume total do fluido é o volume após o óleo de soja e a goma serem pesados juntos.

4.7 Estabilidade da emulsão

Processos de desestabilização pela ação da gravidade são acelerados quando as amostras são submetidas à centrifugação permitindo avaliar a estabilidade das emulsões frente a esse tipo de procedimento (BONTORIM, 2009).

A estabilidade da emulsão formada a partir da goma dos hidrocoloides, foi determinada segundo Lima Júnior et al. (2013). As emulsões preparadas foram deixadas em repouso por 30 minutos. Posteriormente as amostras foram levadas a uma centrífuga refrigerada (marca SPLabor, modelo SP-701) com rotação programada em 2700 rpm (1271 x g) por 10 minutos, temperatura de 20°C e medido o volume final. A estabilidade da emulsão é dada pela equação 5.

$$EE(\%) = \frac{\text{volume de emulsão final}}{\text{volume total de fluido}} \times 100 \quad (5)$$

Em que o volume de emulsão final, é o volume após a desestabilização da mesma na centrífuga e o volume total do fluido é o volume após o óleo de soja e a goma serem pesados juntos.

4.8 Microscopia ótica

A microestrutura das emulsões e a estabilidade das mesmas foram analisadas através de um microscópio de luz (ML Meiji 5000, Meiji Techno América, Santa Clara, CA, EUA), com uma câmera fotográfica acoplada (Cole-Palmer 49901-35, Cole-Palmer, Vernon Hills, IL, EUA). Foram feitas imagens da emulsão após o seu preparo e após a centrifugação das mesmas para determinação da estabilidade. As imagens foram feitas utilizando-se a objetiva de aumento de 10x totalizando um aumento de 100x.

As imagens foram analisadas em triplicata, sendo medidas 30 gotículas em cada imagem. Os resultados foram analisados por teste Tukey ou regressão, dependendo da finalidade da análise, pelo pacote estatístico SAS licenciado pela Universidade Federal de Lavras.

4.9 Análise das imagens

As imagens obtidas em microscópio ótico de todas as emulsões antes e após desestabilização foram analisadas no programa Sigman Scan 5.0 para obtenção do diâmetro médio.

A análise das imagens das emulsões preparadas com hidrocoloides secos em liofilizador antes do processo de desestabilização foi realizada para a avaliação dos parâmetros primários e secundários através do programa Sigman Scan 5.0.

4.10 Microscopia de fluorescência

A análise em microscópio de fluorescência foi realizada no microscópio Axio Observer Z1 (Carl Zeiss Microimaging GmbH, Gottingen, Germany) com uma câmera (AxioVision 4,6 Image Program, Zeiss. GEP) acoplada. O microscópio se encontra no Laboratório de Microscopia Eletrônica e Análise Ultraestrutural (LME) da UFLA, localizado no Departamento de Fitopatologia.

Para a análise da microestrutura por microscópio de fluorescência foram usados os seguintes fluorcromos: Calcoflúor Branco (SIGMA-ALDRICH 18909-100 MG), Nile Red (SIGMA-ALDRICH N3013-100MG), Fluoresceína Isotiacianato Isômero I, 90% (SIGMA-ALDRICH F2502-250 MG) e Rodamina BP.A (DINÂMICA CAS[81-88-9]).

A Fluoresceína Isotiacianato Isômero I, 90% e a Rodamina BP.A foram preparadas para análise segundo Schmitt et al. (2001), o *Nile red* segundo a ficha de informação técnica ATT Bioquest®, Inc (2012).

O Calcoflúor Branco foi utilizado segundo metodologia do fabricante, adicionando à amostra uma gota do fluorcromo e uma gota de hidróxido de potássio 10%.

4.11 Delineamento experimental

O delineamento experimental utilizado foi o delineamento inteiramente casualizado aplicado a um fatorial de (2x6). Os fatores foram: método de secagem dos hidrocoloides (2) e concentração de hidrocoloides na goma usada para preparo das emulsões (6). As variáveis respostas foram capacidade de formação de emulsão, estabilidade da emulsão formada, análises reológicas e análise microscópica.

O ajuste dos dados experimentais aos modelos reológicos foi feito utilizando-se o pacote estatístico SAS licenciado pela Universidade Federal de Lavras.

As variáveis respostas foram avaliadas por meio da análise de variância (ANOVA), sendo realizado Teste Tukey ou regressão (dependendo da resposta) de diferença significativa a 5% de probabilidade para os parâmetros significativos a 5% de probabilidade, com auxílio do pacote estatístico SAS.

5 RESULTADOS

5.1 Análises reológicas

As análises reológicas realizadas permitiram o estudo do comportamento reológico das emulsões preparadas pelos hidrocoloides obtidos pelos diferentes métodos de secagem nas diferentes concentrações bem como a avaliação da existência de tixotropia e dos módulos elástico e viscoso.

5.1.1 Caracterização do comportamento reológico

Na Tabela 1 encontram-se os dados de viscosidade (μ) obtidos através da Lei de Newton, índice de consistência (K) e índice de comportamento de fluxo (n), obtidos através da Lei da Potência e consistência (K), índice de comportamento de fluxo (n) e tensão inicial (t), obtidos pelo modelo Herschell-Buckley. Esses parâmetros foram obtidos ajustando-se os dados experimentais de taxa de deformação e tensão de cisalhamento das curvas ascendentes, ou seja, aquelas em que a taxa de deformação aumenta.

Todos os parâmetros para os modelos Lei de Newton e Lei da Potência foram significativos ($p < 0,01$). Para o modelo Herschell-Buckley, os dados de índice de consistência e índice de comportamento de fluxo foram significativos, já os dados de tensão inicial foram significativos apenas nas emulsões obtidas pelos hidrocoloides secos em liofilizador nas concentrações de 1,5%, 2,0%, 2,5% e 3,0%.

Tabela 1 Parâmetros reológicos para as emulsões obtidas por hidrocoloides secos em estufa e em liofilizador nas diferentes concentrações segundo os modelos de Newton, Lei da Potência e Herschell-Buckley

Secagem	Concentração	Lei de Newton			Lei da Potência				Herschell-Buckley				
		R ²	QMR	μ	R ²	QMR	K	n	R ²	QMR	K	n	t
Estufa à vácuo	0,5%	0,8720	0,1873	0,006913*	0,9431	0,1230	0,036267*	0,69063*	0,9449	0,1213	0,066751*	0,59562*	-0,15196
	1,0%	0,9262	0,4078	0,020477*	0,9945	0,109	0,100626*	0,702829*	0,9946	0,1092	0,095768*	0,710691*	0,030865
	1,5%	0,9079	0,6854	0,0312*	0,99	0,2223	0,172438*	0,680896*	0,9900	0,2228	0,164447*	0,688399*	0,046591
	2,0%	0,8659	1,5950	0,063382*	0,9984	0,1729	0,469531*	0,62588*	0,9984	0,1722	0,439902*	0,636046*	0,139922
	2,5%	0,9577	0,6524	0,041302*	0,9688	0,9146	0,521845*	0,639051*	0,9973	0,1673	0,182819*	0,727979*	-0,25049
	3,0%	0,8702	2,3855	0,095777*	0,9987	0,2293	0,694469*	0,629908*	0,9988	0,2280	0,741805*	0,61965*	-0,21916
Liofilizador	0,5%	0,8855	0,2375	0,009713*	0,9653	0,1282	0,054104*	0,679307*	0,9666	0,1261	0,031104*	0,767759*	0,152507
	1,0%	0,8701	0,6788	0,027632*	0,9909	0,1754	0,195188*	0,634717*	-	-	-	-	-
	1,5%	0,8866	1,3804	0,058409*	0,9875	0,4496	0,366667*	0,656907*	0,9899	0,4250	0,211267*	0,744514*	0,94434*
	2,0%	0,8688	2,2650	0,091293*	0,9994	0,1512	0,669434*	0,627771*	0,9997	0,104	0,516377*	0,66847*	0,767889*
	2,5%	0,8344	3,0821	0,11327*	0,9989	0,2478	0,970387*	0,598577*	0,999	0,2302	0,811245*	0,626372*	0,699085*
	3,0%	0,6711	5,7620	0,16372*	0,9983	0,401	2,278686*	0,507362*	0,9984	0,385	2,680649*	0,48328*	-1,16418*

μ = viscosidade (Pa.s⁻¹); K = índice de consistência (Pa.sⁿ); n = índice de comportamento de fluxo (adimensional); t = tensão inicial (Pa); R² = coeficiente de determinação; QMR = quadrado médio do resíduo

*Parâmetros significativos (p<0,01)

Pelos ajustes realizados, a Lei da Potência é o modelo que apresentou os melhores coeficientes de determinação ($R^2 > 0,94$), bons valores de quadrado médio do resíduo e apresentou todos os parâmetros do modelo significativo nos tratamentos (Tabela 1). O modelo da Lei da Potência tem se mostrado, em muitos casos, adequado para os cálculos de engenharia e devido à sua simplicidade tem sido amplamente utilizado nesta área (RAO; ANANTHESWARAM, 1982).

As Figuras 15 (a) e (b) ilustra a variação da tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação aplicada, nas emulsões preparadas com hidrocoloides secos em estufa a vácuo e em liofilizador, respectivamente. Os gráficos apresentam os dados obtidos experimentalmente e as curvas de ajuste ao modelo da Lei da Potência.

O comportamento apresentado nos reogramas é típico de fluidos não newtonianos, ou seja, as emulsões obtidas por hidrocoloides secos pelos dois métodos de secagem nas diferentes concentrações não apresentam uma relação linear entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação. Pode-se verificar pelos reogramas que a relação entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação formam uma curva convexa, o que segundo Scharma (2000), caracteriza um fluido pseudoplástico. Os fluidos pseudoplásticos constituem a maior parte dos fluidos não newtonianos.

O comportamento reológico das emulsões depende da concentração de goma, peso molecular de polissacarídeo, presença de grupos funcionais e também do tipo e do grau de interação entre a proteína e o polissacarídeo. As emulsões variam entre o comportamento newtoniano e pseudoplástico (CAMPANELLA; DORWARD; SINGH, 1995). No entanto, a maioria das emulsões óleo em água é classificada como fluido pseudoplástico (COIA; STAUFFER, 1987; HENNOCK; RAHALKAR; RICHMOND, 1984).

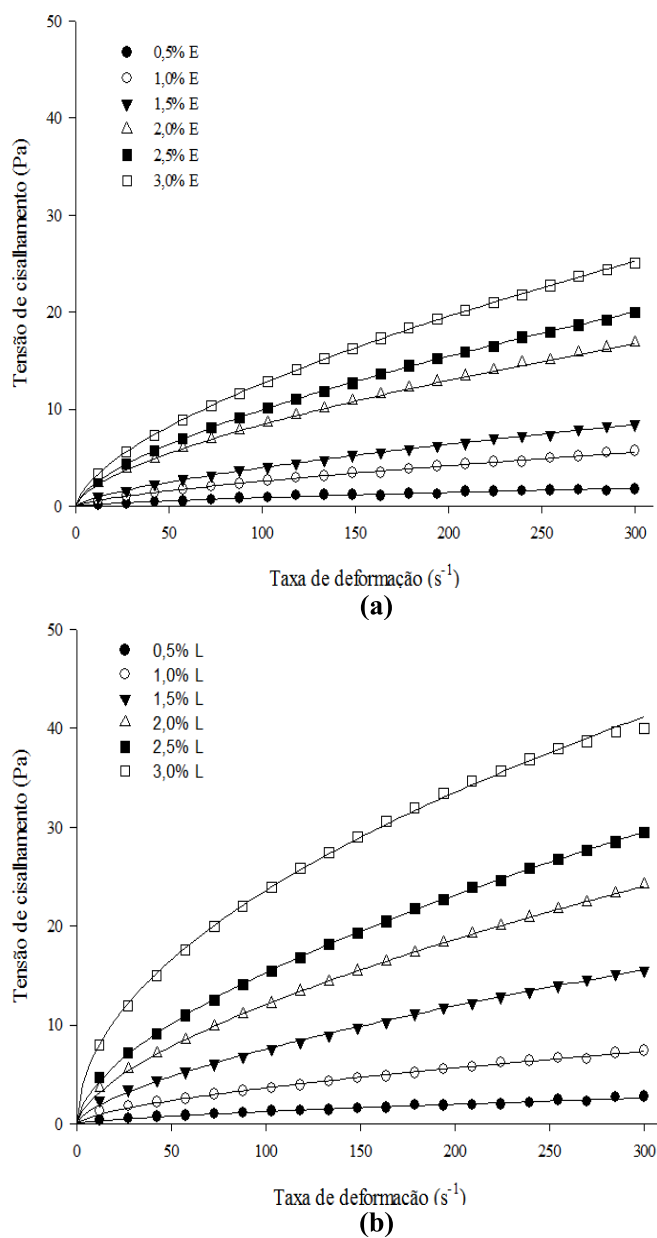


Figura 15 Reogramas da relação taxa de deformação e tensão de cisalhamento: ajuste pela Lei da Potência (a) emulsões preparadas usando hidrocoloides secos em estufa a vácuo (b) emulsões preparadas usando hidrocoloides secos em liofilizador

De acordo com Vidal (2000), o comportamento pseudoplástico analisado nas emulsões indica que com o aumento do gradiente de velocidade as emulsões sofrem modificação da estrutura de cadeias longas de moléculas. Essas cadeias tendem a se alinhar paralelamente às linhas de corrente, diminuindo a resistência ao escoamento.

Moschakis, Murray e Biliaderis (2010) ao estudar a adição de quitosana e goma arábica em emulsões de óleo em água como agentes emulsificantes verificaram que as emulsões formadas apresentam comportamento de fluidos pseudoplástico. Segundo os autores esse comportamento ocorre quando as interações intermoleculares são fracas e sugere a formação de uma rede fraca entre as gotículas de óleo. İbanoğlu (2002) ao estudar o comportamento reológico de emulsões com isolado proteico de leite e diferentes concentrações de goma arábica verificou o comportamento pseudoplástico presente nessas emulsões.

A influência do método de secagem e das concentrações nos parâmetros índice de consistência (k) e índice de comportamento de fluxo (n) do modelo da Lei da Potência foram estudados estatisticamente (ANEXO A e ANEXO B). O método de secagem e as concentrações influenciaram nos parâmetros do modelo, resultando em diferenças significativas ($p < 0,05$).

A Tabela 2 representa as médias obtidas para os parâmetros k e n das emulsões obtidas com os hidrocoloides secos pelos dois métodos.

Tabela 2 Médias dos parâmetros índice de consistência (k) e índice de comportamento (n) em cada método de secagem

Método de secagem	K	N
Estufa à vácuo	0,2597 a*	0,7073 a
Liofilizador	0,9481 b	0,6305 b

*Médias seguidas de letras diferentes na coluna diferem entre si pelo Teste Tukey a 5% de probabilidade

Através da análise das médias obtidas pode-se observar que as emulsões obtidas por hidrocoloides secos em liofilizador apresentaram maiores índices de consistência, já para o parâmetro índice de comportamento de fluxo a maior média foi obtida pelas emulsões nas quais os hidrocoloides secos em estufa a vácuo foram utilizados. As emulsões formadas pelos hidrocoloides secos em liofilizador apresentam comportamento pseudoplástico mais evidente que as emulsões formadas pelos hidrocoloides secos em estufa a vácuo por apresentarem menor valor para o índice de comportamento de fluxo.

A influência da concentração nos parâmetros reológicos, índice de consistência (k) e índice de comportamento (n), foram modelados estatisticamente pelas equações representadas na Tabela 3. Os modelos foram testados quanto à falta de ajuste e significância dos parâmetros da regressão. Os parâmetros da regressão foram significativos ($p < 0,05$) para o modelo de primeiro grau e os modelos apresentaram coeficientes de exatidão próximos a 80% (ANEXO C e D). A partir do modelo de primeiro grau os parâmetros de regressão deixam de ser significativos.

Tabela 3 Modelos estatísticos do efeito da concentração de hidrocoloides nos parâmetros reológicos das emulsões

Parâmetro reológico	Modelo de regressão	R²
N	$Y = -0,0925 * C + 0,0831$	$R^2 = 0,8104$
K	$Y = -0,5734 * C + 0,6727$	$R^2 = 0,7974$

C = concentração de hidrocoloides; K = índice de consistência (Pa.sⁿ); n = índice de comportamento de fluxo (adimensional)

Os gráficos 1 e 2 apresentam os dados observados e a linha de ajuste para os parâmetros n e k respectivamente, em relação as concentrações de hidrocoloides utilizadas no preparo das gomas.

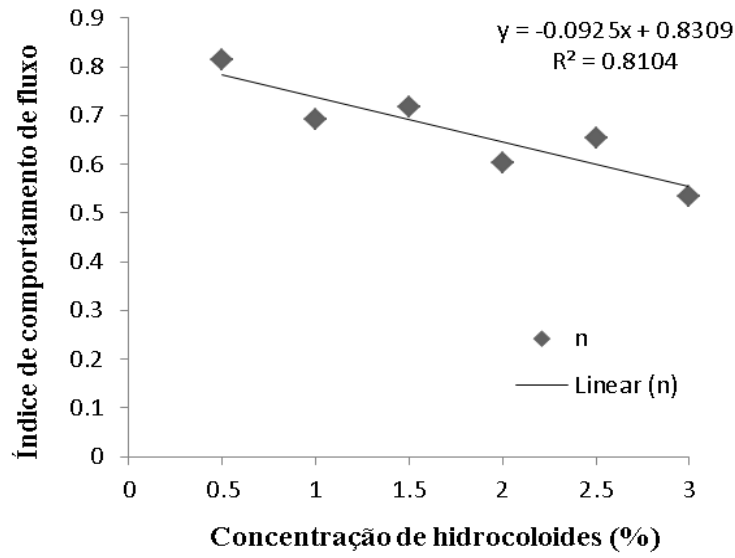


Gráfico 1 Valores de índice de comportamento de fluxo em relação às concentrações

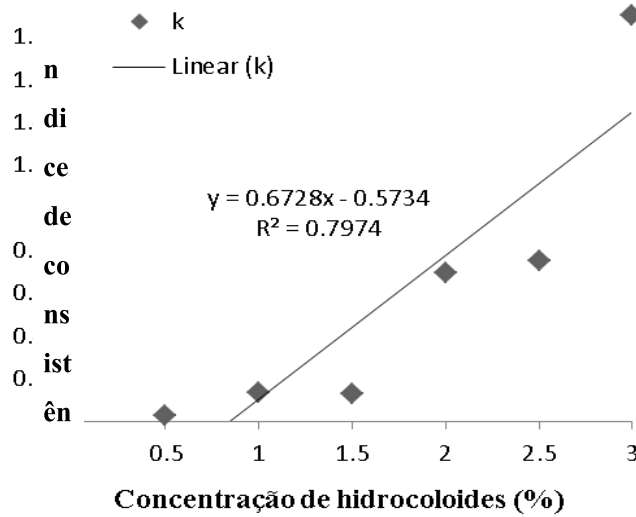


Gráfico 2 Valores de índice de consistência em relação às concentrações

Os valores de índice de comportamento de fluxo das emulsões analisadas foram, de modo geral, influenciados negativamente pelo aumento da concentração de hidrocoloides, apresentando o menor valor quando se utiliza hidrocoloides na concentração de 3,0%. Segundo Wu et al. (2009) em geral com o aumento da concentração o valor de n tende a cair chegando a faixas de 0,15 a 0,25 em concentrações muito elevadas.

No caso das emulsões estudadas a redução no valor de n ocorre possivelmente devido ao aumento na concentração de proteínas e polissacarídeos (hidrocoloides) na fase dispersa da emulsão (água) que possibilita a formação de uma rede e o aumento do número de gotículas de óleo de menor diâmetro devido a maior repulsão gerada pelos hidrocoloides. Sendo assim, com o aumento da concentração de hidrocoloides as emulsões afastam-se da condição de fluido newtoniano (o valor de n afasta-se de 1), apresentando comportamento pseudoplástico mais evidente.

Wu et al. (2009) ao estudarem as emulsões nas quais o agente emulsificante usado eram gomas que apresentavam o polissacarídeo galactomanana verificaram comportamento semelhante, tendo os valores do parâmetro n reduzidos com o aumento da concentração, com isso as emulsões estudadas apresentaram comportamento mais pseudoplástico em maiores concentrações do polissacarídeo.

Já os valores de índice de consistência sofreram influencia positiva em relação ao aumento das concentrações de hidrocoloides utilizados, apresentando o maior valor para o parâmetro na concentração de 3,0%. O índice de consistência é um parâmetro que também informa a viscosidade de um fluido. Por isso, segundo İbanoglu (2002) e Vasques (2003) o índice de consistência aumenta com o conteúdo de sólidos e decresce com a temperatura. Um teor em sólidos mais elevado, geralmente, provoca um aumento na viscosidade

resultante do aumento da restrição de movimento molecular devido a emaranhamentos entre cadeias poliméricas (BHATTACHARYA; BHAT; RAGHUVER, 1982; MASKAN; GOGUS, 2000).

İbanoğlu (2002) verificou que com o aumento na concentração de goma arábica utilizada em emulsões estabilizadas com proteína do leite ocorre o aumento nos valores do parâmetro de índice de consistência, assim como ocorreu com as emulsões estabilizadas por hidrocoloides extraídos do ora-pro-nóbis. Pelos parâmetros analisados do modelo da lei da potência, pode-se verificar que quanto maior for a concentração de hidrocoloides extraídos do ora-pro-nóbis no preparo das emulsões mais evidente será o comportamento pseudoplástico dessas emulsões.

A Figura 16 ilustra a variação da viscosidade aparente das emulsões em relação à taxa de cisalhamento aplicada. A Figura 16 (a) apresenta o comportamento de viscosidade aparente para as emulsões preparadas usando hidrocoloides secos em estufa a vácuo nas diferentes concentrações. A Figura 16 (b) representa a variação da viscosidade aparente em relação à taxa de cisalhamento aplicada para as emulsões nas quais os hidrocoloides secos em liofilizador foram utilizados em diferentes concentrações.

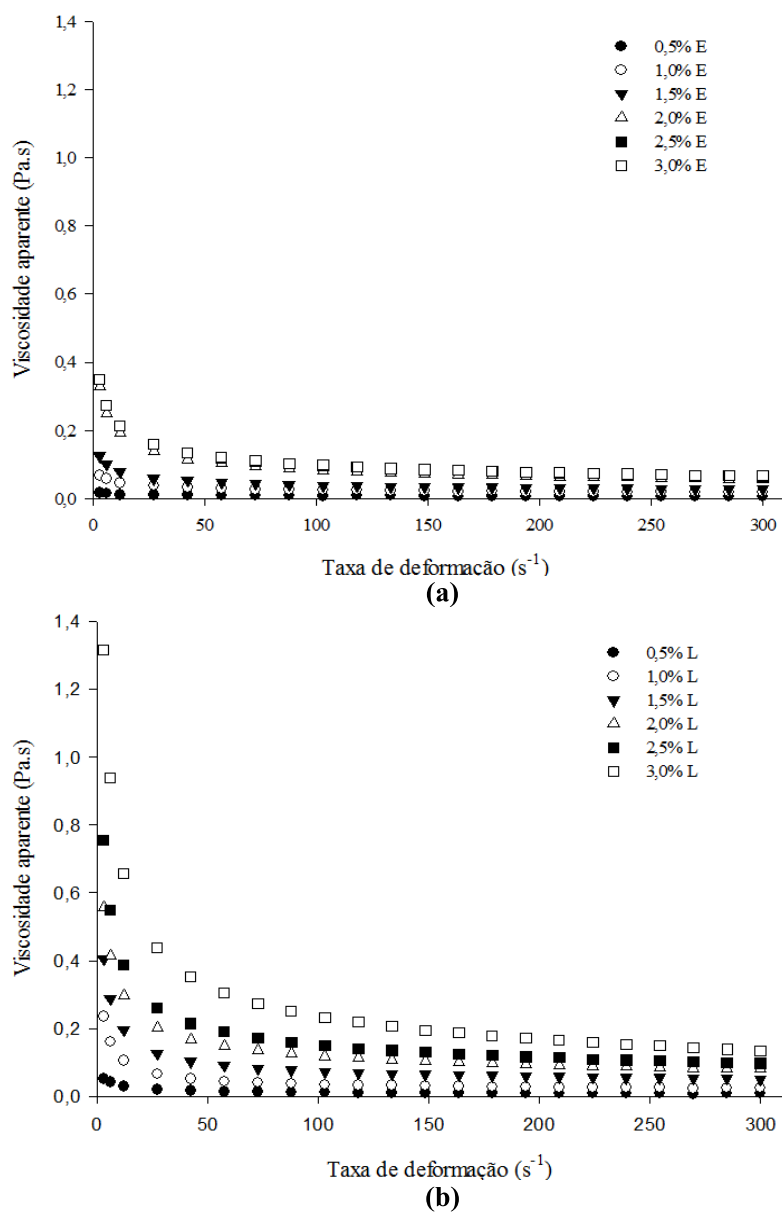


Figura 16 Reogramas da relação viscosidade e taxa de deformação para
(a) emulsões preparadas usando hidrocoloides secos em estufa à vácuo;
(b) emulsões preparadas usando hidrocoloides secos em liofilizador.

Assim como no estudo realizado por İbanoğlu (2002) em que o autor verificou a variação da viscosidade aparente com a taxa de deformação aplicada, através da análise dos gráficos pode-se verificar que os dois métodos de secagem e todas as concentrações de hidrocoloides utilizadas resultaram em emulsões nas quais a viscosidade aparente diminui com o aumento da taxa de deformação.

Segundo Holdsworth (1971) isso ocorre porque esses fluidos apresentam as moléculas desordenadas quando estão em repouso, as quais começam a se ordenar com a tensão aplicada. Sendo assim, quanto maior a tensão aplicada, maior é a ordenação e conseqüentemente menor é a viscosidade aparente. Além disso, com o aumento da taxa de cisalhamento aplicada, os polímeros podem se desintegrar e alinharem-se ao fluxo, oferecendo menor resistência a este ou pode ocorrer a quebra de possíveis agregados coloidais, o que também resultaria em uma diminuição nos valores de viscosidade aparente (CAMPANELLA; DORWARD; SINGH, 1995).

As emulsões preparadas usando hidrocoloides secos em estufa a vácuo apresentam valores de viscosidade aparente menores do que aquelas em que foram utilizados hidrocoloides secos em liofilizador. Isso pode ter ocorrido devido ao uso das altas temperaturas durante a secagem dos hidrocoloides na estufa a vácuo, o que pode desintegrar os polímeros ou desnaturar proteínas formando cadeias mais simples, resultando em emulsões com maior facilidade ao escoamento. No entanto, dentro de cada método de secagem os valores de viscosidade aparente, em cada taxa de deformação, são maiores quanto maior for a concentração de hidrocoloides utilizada.

Segundo Goff e Jordan (1989), o aumento na quantidade de proteínas na interface das gotículas reduz a tensão interfacial e aumenta ligeiramente a viscosidade da emulsão. Além disso, dentro das concentrações usadas, quanto maior a quantidade de hidrocoloides maior é a quantidade de interações entre as fases da emulsão através de ligações, favorecendo o aumento da viscosidade

aparente. A viscosidade aparente das emulsões foi analisada sob taxa de deformação fixa 100s^{-1} . O parâmetro foi avaliado nessa taxa de deformação porque é típica para os processos de alimentação, tais como o fluxo através de tubos na indústria, processos de agitação e mastigação (McCLEMENTS, 2005).

Na Tabela 4 estão representados os valores de viscosidade aparente para as emulsões obtidas por hidrocoloides secos pelos dois métodos nas diferentes concentrações.

Tabela 4 Valores de viscosidade para as emulsões sob taxa de deformação 100s^{-1}

Concentração	Viscosidade aparente (Pa.s)	
	Estufa a vácuo	Liofilizador
0,5%	0,008	0,011
1,0%	0,026	0,035
1,5%	0,039	0,073
2,0%	0,083	0,119
2,5%	0,098	0,152
3,0%	0,126	0,236

Através da análise estatística verificou-se que os métodos de secagem interferem na viscosidade aparente da emulsão ($p < 0,05$), sendo que as emulsões obtidas por hidrocoloides secos em liofilizador apresentam uma viscosidade aparente sob taxa de deformação de 100s^{-1} maior que a viscosidade das emulsões obtidas por hidrocoloides secos em estufa a vácuo (ANEXO E). As concentrações de hidrocoloides usadas na formação das emulsões também apresentaram influência na viscosidade aparente sob taxa de deformação de 100s^{-1} ($p < 0,05$).

A Tabela 5 demonstra as médias das viscosidades aparente nas diferentes concentrações usadas. As viscosidades seguidas por mesma letra não apresentam diferença significativa entre si ($p > 0,05$).

Tabela 5 Médias das viscosidades aparentes avaliadas sob taxa de deformação $100s^{-1}$

Concentração (%)	Viscosidade aparente (média) (Pa.s)
0,5	0,010 a
1,0	0,031 a b
1,5	0,056 a b
2,0	0,101 a b c
2,5	0,125 b c
3,0	0,181 c

*Médias seguidas de mesma letra não diferem entre si pelo teste Tukey ($p > 0,05$) (ANEXO E)

Pode-se analisar que as maiores médias de viscosidade aparente foram observadas quando se utiliza as maiores concentrações de hidrocoloides. O aumento na concentração de hidrocoloides acarreta o aumento na retenção de água e aumentam as interações intermoleculares na emulsão resultando em uma maior viscosidade aparente. Observa-se também que as concentrações de 2%, 2,5% e 3% são as emulsões que apresentaram a maior viscosidade aparente não diferindo entre si neste parâmetro.

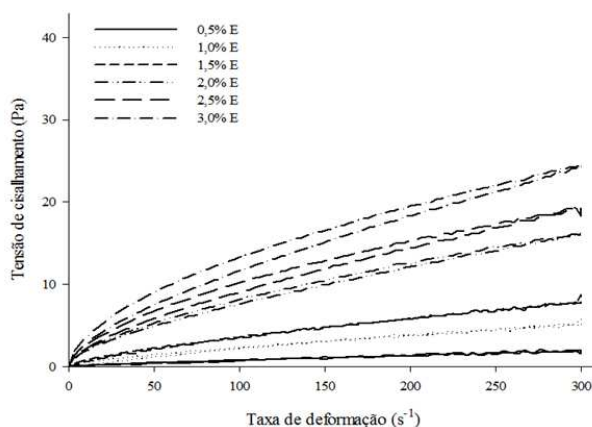
5.1.2 Tixotropia

A análise do comportamento tixotrópico foi realizada aplicando-se às emulsões aumento de tensão de cisalhamento e a posterior redução da tensão sob uma taxa de deformação constante. O estudo revelou que as emulsões são fluidos dependentes do tempo, ou seja, aplicando-se uma taxa de cisalhamento constante a viscosidade aparente das emulsões diminui com o tempo de aplicação.

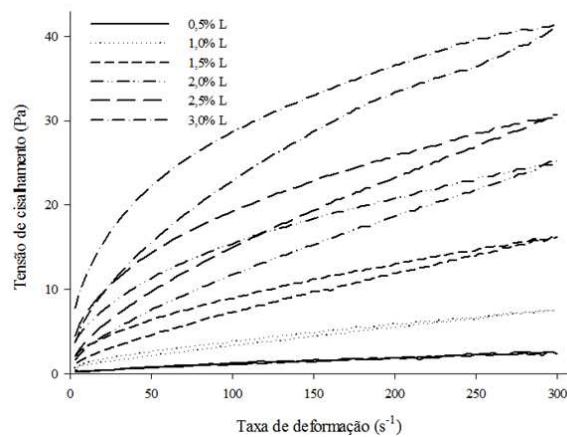
O comportamento tixotrópico das emulsões pode ser verificado e quantificado pela diferença das áreas existentes entre as curvas de subida (aumento da tensão de cisalhamento) e descida (redução da tensão de cisalhamento), já que em fluidos tixotrópicos quando se aumenta a tensão de cisalhamento ocorrem modificações na estrutura interna. Essas modificações são reversíveis, sendo assim, quando se diminui a tensão aplicada ao material ou deixando o material em repouso

por um período de tempo, o mesmo recupera sua viscosidade inicial. A área delimitada entre as curvas de aumento e redução da tensão de cisalhamento é referida como histerese (LEE; MOTURI; LEE, 2009).

A Figura 17 (a) e (b) demonstra os reogramas obtidos para as emulsões pelas curvas de escoamento com aumento e redução da tensão de cisalhamento aplicados.



(a)



(b)

Figura 17 Reogramas obtidos pelas curvas de escoamento com aumento e redução da tensão de cisalhamento aplicada sob taxa de deformação constante (a) emulsões preparadas usando hidrocolóides secos em estufa (b) emulsões preparadas usando hidrocolóides secos em liofilizador

Os reogramas representados na Figura 17 (a) e (b) mostram que nas emulsões preparadas com hidrocoloides secos em estufa a vácuo nas concentrações de 2,0%, 2,5% e 3,0% e em emulsões nas quais se utilizou hidrocoloides secos em liofilizador (exceto nas concentrações de 0,5% e 1,0%) existe a presença de histerese, ou seja, a curva de subida (aumento da tensão de cisalhamento) não coincide com a curva de descida (diminuição da tensão de cisalhamento). Além disso, a curva de descida está sob a curva de subida demonstrando que essas emulsões são fluidos com comportamento tixotrópico.

Pode-se verificar que o comportamento tixotrópico é mais evidente quanto maior é a concentração de hidrocoloides nas emulsões, evidenciado pela maior área entre as curvas.

Com maiores concentrações de hidrocoloides tem-se uma maior quantidade de interações intermoleculares e a formação de pequenos agregados. Com o aumento da tensão de cisalhamento aplicada, essas interações podem ser quebradas e os agregados desfeitos, diminuindo assim a resistência do fluido ao escoamento, diminuindo a viscosidade. Essa estrutura interna não é refeita, no tempo de análise, ao se reduzir a tensão de cisalhamento, evidenciando o comportamento tixotrópico.

O cálculo da tixotropia foi feito pela diferença entre as áreas sob as curvas de aumento e redução da tensão de cisalhamento. Os valores médios de tixotropia das emulsões estão representados na Tabela 6.

Tabela 6 Valores médios de tixotropia para emulsões usando hidrocoloides secos em estufa a vácuo e em liofilizador nas diferentes concentrações

Concentração	Secagem	
	Estufa a vácuo (E) (Pa.s ⁻¹)	Liofilizador (L) (Pa.s ⁻¹)
0,5%	-12 ab*	-125 a
1,0%	-34 a	-33 a
1,5%	-18 ab	99 a
2,0%	119 c	764 b
2,5%	42 b	899 b
3,0%	356 d	1289 c

*Médias seguidas por mesma letra na coluna não diferem entre si pelo Teste Tukey ($p < 0,05$) (ANEXO G e H)

Através da análise estatística pode-se verificar que o método de secagem e as concentrações influenciaram significativamente nos valores de tixotropia ($p < 0,05$) (ANEXO F). Os hidrocoloides secos em liofilizador resultaram em emulsões com uma média maior para o valor de tixotropia do que as emulsões formadas usando-se hidrocoloides secos em estufa a vácuo. Essa diferença nos valores sugere que nas emulsões com aplicação de hidrocoloides secos em liofilizador ocorre um maior número de interações intermoleculares e formação de agregados.

Para as emulsões preparadas com hidrocoloides secos em estufa a vácuo as concentrações 0,5%, 1,0% e 1,5% não apresentaram diferença significativa nos valores da diferença entre as áreas sob as curvas. A emulsão de concentração de 2,0% não difere das emulsões com concentrações de 0,5% e 1,0%. Nas emulsões onde utilizou hidrocoloides secos em liofilizador as concentrações 0,5%, 1,0% e 1,5% não apresentaram diferença significativa entre os valores de tixotropia, assim como as emulsões nas concentrações 2,0% e 2,5%.

Através dos valores demonstrados na tabela 6 as emulsões 2,0% (E), 2,5% (E), 3,0% (E), 1,5% (L), 2,0% (L), 2,5% (L) e 3,0% (L) são as que apresentam o comportamento tixotrópico evidente, ou seja, a curva de descida estava sob a curva de subida, o que foi evidenciado pelo valor positivo da diferença entre as áreas. Já as emulsões de concentrações 0,5% (E), 1,0% (E), 1,5% (E), 0,5% (L) e 1,0% (L) apresentaram valores da diferença entre as áreas, negativos, o que demonstra que a curva de descida (redução da tensão de cisalhamento) foi acima da curva de subida (aumento da tensão de cisalhamento), portanto, essas emulsões possuem comportamento antitixotrópico.

Segundo Martin (1993), a ocorrência do comportamento antitixotrópico pode ser explicada como resultado do aumento da frequência de colisões das partículas dispersas ou das moléculas do polímero em suspensão com o aumento da taxa de deformação aplicada, resultando no aumento das ligações entre as partículas com o tempo. Assim, podemos verificar que as emulsões começam a

apresentar comportamento tixotrópico na concentração de 1,5% quando preparadas com hidrocoloides secos em liofilizador e na concentração de 2,0% quando se utiliza hidrocoloides secos em estufa a vácuo.

Para os dois métodos de secagem as emulsões que apresentaram o comportamento tixotrópico mais evidente foi na concentração de 3,0%, a qual foi estatisticamente diferente de todas as outras ($p < 0,05$). Bellalta et al. (2012) estudaram a variação na quantidade de óleo em emulsões estabilizadas com proteína do leite. As emulsões foram formuladas com 50, 55 e 60g de óleo de girassol/100g de emulsão e o agente emulsificante usado na proporção de 15:1 em relação à quantidade de óleo. Todas as emulsões apresentaram comportamento tixotrópico, sendo que os valores encontrados foram de 89, 233 e 1149 Pa.s⁻¹, intervalo este próximo ao intervalo dos valores encontrados para as emulsões que apresentaram comportamento tixotrópico neste trabalho.

Assim como o aumento no teor de óleo, o aumento no teor de hidrocoloides resultou em um aumento no valor de tixotropia. Segundo Bellalta et al. (2012) isso ocorre porque as emulsões mais concentradas possuem um maior grau de estruturação. Segundo Bhattacharya (1997) e Steffe (1996) a existência desse comportamento tixotrópico nas emulsões significa que o comportamento de fluxo é uma importante análise na previsão da viscosidade em processos tais como mistura, fluir através de tubos, centrifugação, etc., em que a viscosidade muda para um longo período de tempo.

5.1.3 Varredura de frequência

A varredura de frequência é o modo mais comum de teste oscilatório porque mostra como o comportamento elástico e viscoso de um material varia com as taxas de aplicação de deformação e tensões (BONTORIM, 2009). A varredura de frequência foi realizada para determinar o comportamento viscoelástico das emulsões, no intervalo de 1 a 10 Hz.

As Figuras 18 e 19 representam os reogramas obtidos pela relação G' e G'' com a frequência para as emulsões nas diferentes concentrações obtidas pelos hidrocoloides secos em estufa a vácuo e em liofilizador, respectivamente.

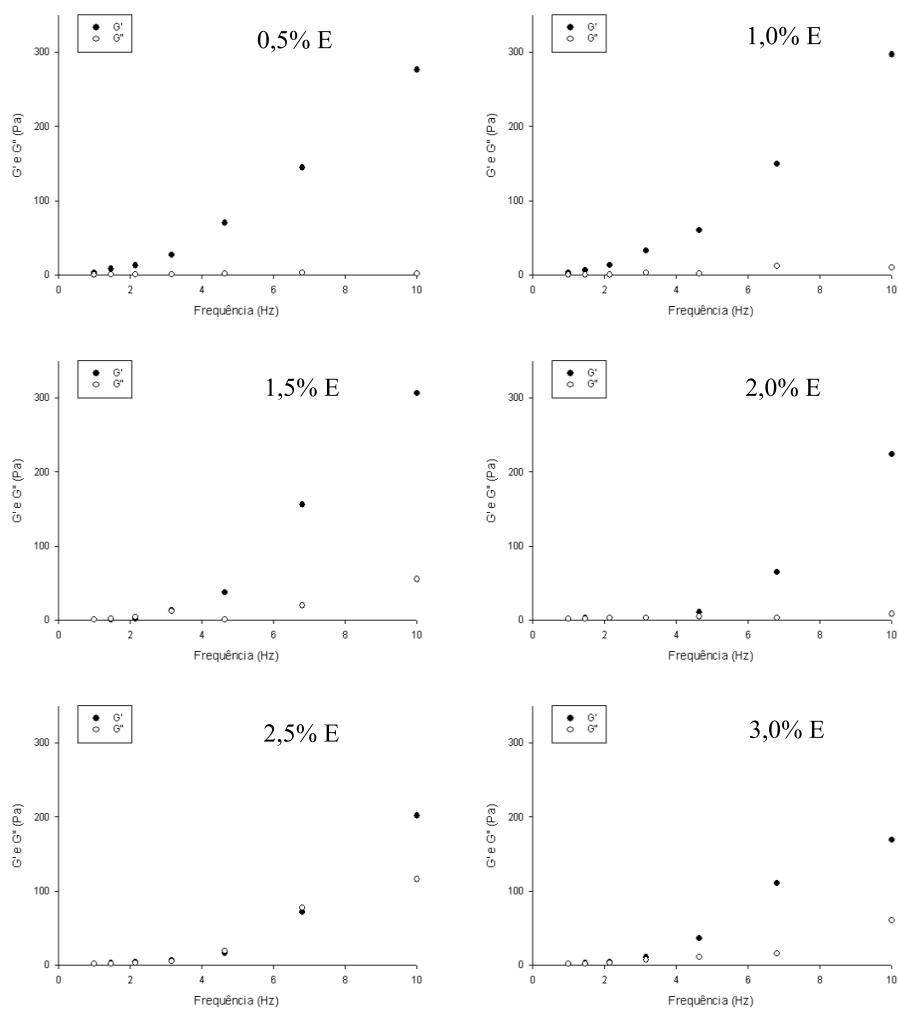


Figura 18 Reogramas obtidos pela relação G' e G'' com a frequência para as concentrações de 0,5%, 1,0%, 1,5%, 2,0%, 2,5% e 3,0% de hidrocoloides secos em estufa a vácuo

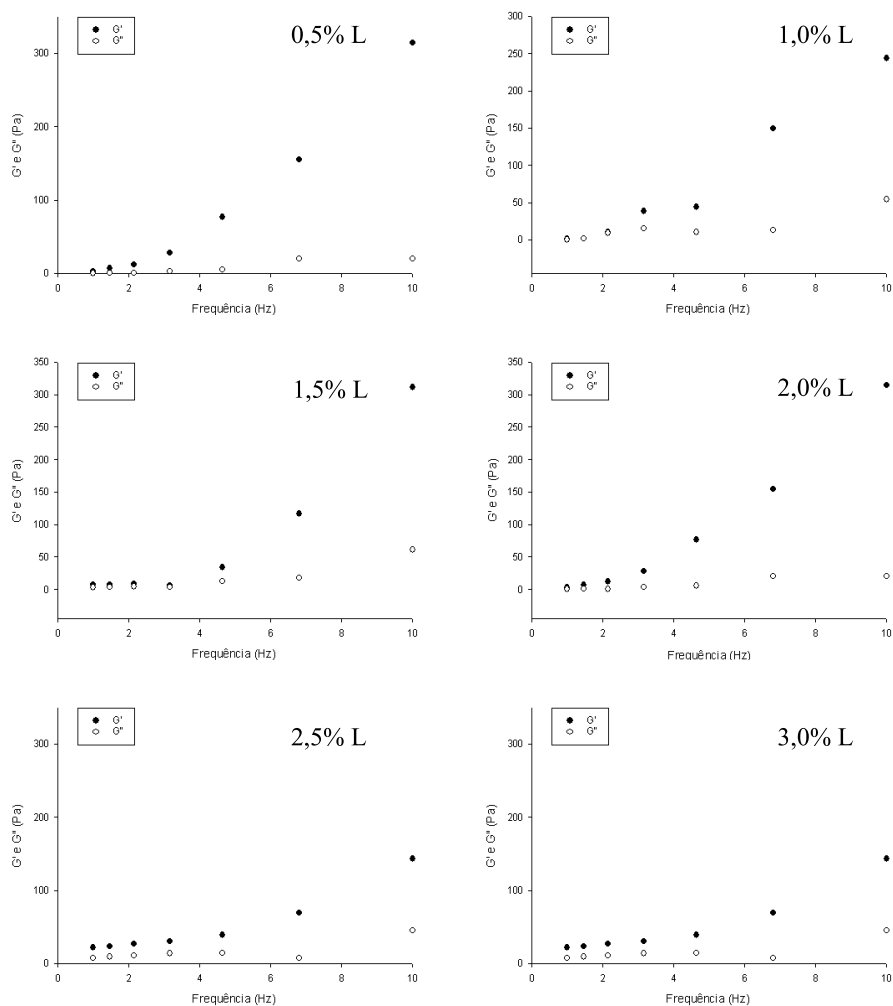


Figura 19 Reogramas obtidos pela relação G' e G'' com a frequência para as concentração de 0,5%, 1,0%, 1,5%, 2,0%, 2,5% e 3,0% de hidrocoloides secos em liofilizador

Pela análise dos reogramas (Figura 18 e 19) pode-se verificar que os valores de G' e G'' aumentaram com o aumento da frequência em todas as emulsões estudadas. Esses parâmetros caracterizam o comportamento sólido/elástico (G') e

líquido/viscoso (G'') das emulsões. A dependência de G' e G'' pela frequência, como demonstrado nos reogramas, indica o comportamento viscoelástico das emulsões estudadas. Além disso, pode-se notar que nessas emulsões o parâmetro G' tem uma alta dependência pela frequência, atingindo valores elevados enquanto que o parâmetro G'' tem uma baixa dependência pela frequência.

As Tabelas 7 e 8 representam os valores de G' e G'' nas frequências de 1Hz e 10Hz, respectivamente.

Tabela 7 Componentes de viscoelasticidade a 1 Hz

Concentração	G' (Pa)		G'' (Pa)	
	Estufa a vácuo	Liofilizador	Estufa a vácuo	Liofilizador
0,5%	2,403	1,790	0,526	1,395
1,0%	1,104	1,035	0,554	0,260
1,5%	1,458	5,364	0,256	2,199
2,0%	1,395	7,509	1,358	3,638
2,5%	1,757	23,219	1,602	8,245
3,0%	1,605	23,678	1,359	8,094

Tabela 8 Componentes de viscoelasticidade a 10 Hz

Concentração	G' (Pa)		G'' (Pa)	
	Estufa à vácuo	Liofilizador	Estufa à vácuo	Liofilizador
0,5%	289,841	287,113	17,664	27,950
1,0%	317,356	240,333	56,130	33,629
1,5%	302,409	223,299	32,236	31,311
2,0%	218,225	268,998	31,883	112,944
2,5%	184,721	269,606	90,814	105,746
3,0%	208,596	175,196	75,381	53,954

Através da análise estatística (ANEXO I) pode-se verificar que os valores de G' analisados com frequência de 1 Hz foram influenciados pelo método de secagem ($p < 0,05$) sendo que os hidrocoloides secos em liofilizador apresentaram uma maior média para este parâmetro.

A análise estatística do parâmetro G'' a frequência de 1 Hz e dos parâmetros G' e G'' a frequência de 10 Hz mostraram que o método usado para a secagem dos hidrocoloides e a concentração de hidrocoloides usada no preparo das emulsões não influenciam nos parâmetros ($p > 0,05$). No entanto, na maioria das concentrações estudadas os valores de G'' foram maiores para as emulsões em que se utilizou hidrocoloides secos em liofilizador.

Observando-se os gráficos (Figura 17 e 18) e as tabelas (Tabela 7 e 8) pode-se verificar que, em todas as emulsões estudadas, no intervalo de frequência analisado, os valores de G' foram maiores que os valores de G'' mostrando que nas emulsões preparadas com hidrocoloides extraídos do ora-pro-nóbis predomina o comportamento elástico, dentro da faixa de frequência estudada.

Na faixa de frequências em que se realizou este trabalho não se conseguiu verificar uma mudança de comportamento elástico e viscoso para as emulsões. No entanto, o início de reogramas obtidos para as emulsões com menores concentrações de hidrocoloides demonstra os valores de G' e G'' muito próximos, podendo sugerir que em frequências mais baixas os valores de G'' fossem maiores que os valores de G' predominando o comportamento viscoso nessas condições.

Calero et al. (2013), estudaram a influência da adição de quitosana, nas concentrações de 0,25 a 1% em peso, como agente estabilizante em emulsões óleo em água (40% em peso), emulsionadas com isolado proteico de batata. O estudo do comportamento viscoelástico das emulsões demonstrou que ao longo de toda a faixa de frequência estudada os valores de G' foram maiores que os valores de G'' mostrando que nas emulsões estudadas o comportamento elástico era mais evidente. Teixeira (2014), estudou as emulsões formadas por óleo de cupuaçu com diferentes tipos de surfactantes e também encontrou comportamento elástico predominante sobre o viscoso. Segundo o autor, característica esta típica de géis rígidos.

Segundo Steffe (1996), as características reológicas de uma emulsão com maior estabilidade mostram uma maior resistência interna, resultando em um módulo de armazenamento, G' , maior do que o seu módulo de perda, G'' , e ambos os módulos devem ser quase paralelos ao longo das frequências observadas, com um ligeiro aumento da inclinação em altas frequências. Como o estudo foi realizado em altas frequências, pode-se verificar essa inclinação nas curvas de G' e G'' , sendo mais evidente nas curvas de G' .

5.1.4 Varredura de temperatura

Para se obter maiores informações a respeito da estrutura das emulsões foi realizado o teste oscilatório com variação de temperatura (10°C a 90°C), obtendo-se uma avaliação conjunta das propriedades mecânicas e térmicas das emulsões. Apenas a emulsão na concentração de 2% com hidrocoloides liofilizados foi submetida ao teste.

Na Figura 20 observa-se a variação dos valores de G' (módulo de armazenamento), e de G'' (módulo de perda), caracterizando os módulo elástico (sólido) e viscosos (líquido), respectivamente, da emulsão.

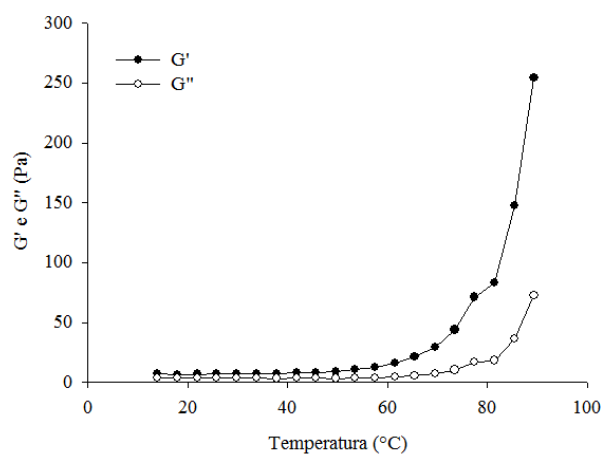


Figura 20 Reograma da varredura de temperatura para emulsão concentração de 2% de hidrocoloides

Em todo intervalo de temperatura estudado pode-se observar a predominância do comportamento elástico sobre o comportamento viscoso. Pode-se observar que no intervalo de 10°C a 70°C o comportamento elástico e viscoso não tiveram grandes alterações com o aumento da temperatura, mantendo uma relação linear com predominância do comportamento elástico. A partir da temperatura de 70°C a relação entre os módulos de armazenamento e de perda deixa de ser linear. Ocorre um aumento nos dois módulos, no entanto o módulo de armazenamento sofre um maior aumento após esta temperatura.

5.2 Capacidade emulsificante e estabilidade das emulsões

Pela análise estatística pode-se verificar que não existe diferença significativa ($p > 0,05$) entre os métodos de secagem, concentrações de hidrocoloides usadas e na interação entre esses fatores na capacidade dos hidrocoloides extraídos do ora-pro-nóbis em formar emulsões (ANEXO J). A capacidade média de formar emulsão dos hidrocoloides, em porcentagem, foi de $99,11 \pm 0,4033$.

Thanatcha e Pranee (2011) ao estudarem processos de extração da mucilagem de jujuba (*Ziziphus mauritiana Lam.*) avaliaram a capacidade dessa mucilagem em formar emulsões. Os hidrocoloides extraídos do ora-pro-nóbis apresentaram capacidade emulsificante maior do que a mucilagem extraída da jujuba que foi de $52,22\% \pm 0,48$. Entre as gomas estudadas pelos autores a goma xantana é a que apresenta a maior capacidade emulsificante, sendo de 100%. Essa capacidade é semelhante à capacidade emulsificante média encontrada para os hidrocoloides extraídos do ora-pro-nóbis. Além disso, esses hidrocoloides apresentam capacidade emulsificante superior a goma guar que segundo os autores é de $59,72\% \pm 0,48$.

Lima Junior et al. (2013) estudaram a capacidade emulsificante dos hidrocoloides extraídos do ora-pro-nóbis utilizando 1g de hidrocoloides/ 100g de emulsão obtendo uma capacidade emulsificante de 83%, valor inferior a média encontrada neste trabalho.

Wu et al. (2009) estudaram a capacidade emulsificante e a estabilidade das emulsões formadas por diferentes gomas que continham galactomananas, e verificaram que a capacidade emulsificante dessas gomas variaram de 40% a 80%, valores esses inferiores a capacidade emulsificante encontrada nas emulsões analisadas.

Ao se analisar a estabilidade das emulsões formadas pelos hidrocolóides obtidos pelos diferentes métodos de secagem nas diferentes concentrações estudadas verificou-se que o método de secagem não foi significativo ($p > 0,05$), não existindo assim, influência dos métodos de secagem dos hidrocolóides na estabilidade das emulsões formadas (ANEXO K). Já as diferentes concentrações analisadas apresentaram influência significativa ($p < 0,05$) na estabilidade das emulsões formadas. A interação entre o método de secagem e as concentrações analisadas não apresentou diferença significativa ($p > 0,05$) segundo a análise de variância.

O gráfico 3 representa as médias para a estabilidade da emulsão observadas nas diferentes concentrações. A influência da concentração na estabilidade da emulsão foi modelada pela equação representada no gráfico 3 para as diferentes emulsões. O modelo foi ajustado quanto à falta de ajuste e significância dos parâmetros da regressão. A concentração apresentou parâmetros de regressão significativos ($p < 0,05$) para o modelo de segundo grau. O modelo apresentou coeficiente de correlação 81,1%.

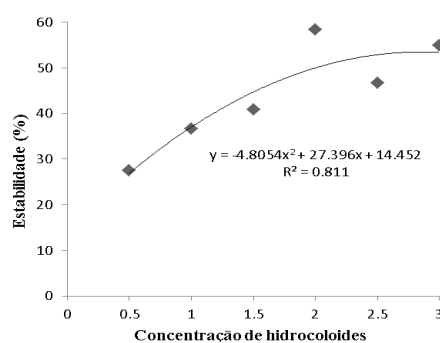


Gráfico 3 Influência da concentração de hidrocolóides na estabilidade da emulsão

Através da análise do Gráfico 3 pode-se verificar que a estabilidade das emulsões formadas utilizando-se hidrocoloides extraídos do ora-pro-nóbis é mínima ao se utilizar a concentração de 0,5% de hidrocoloides no preparo da emulsão. Através do modelo ajustado pode-se verificar que com o aumento da concentração tende-se a aumentar a estabilidade da emulsão formada atingindo-se a estabilidade máxima na concentração de 3,0%.

Com o aumento da concentração de hidrocoloides, aumenta-se a concentração desses compostos ao redor das gotículas de óleo formadas durante o preparo da emulsão, os quais formam uma verdadeira barreira mecânica e provocam repulsão entre essas gotículas aumentando a estabilidade das emulsões por evitarem a floculação e coalescência.

A partir da concentração 2,5% pode-se verificar, pelo modelo ajustado, uma tendência à manutenção no valor da estabilidade. Isso ocorre porque a partir de certa concentração a adsorção dos hidrocoloides na interface das gotículas pode ser dificultada ou pode ocorrer formação de agregados de hidrocoloides o que não interfere na estabilidade das emulsões.

5.3 Caracterização microestrutural

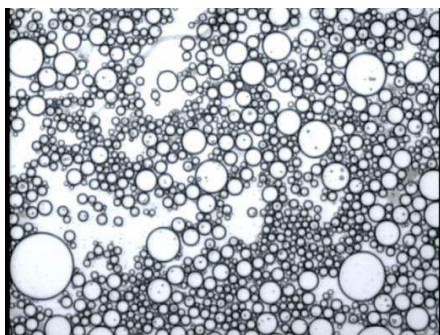
Através das análises microscópicas foi possível avaliar a microestrutura das emulsões formadas.

5.3.1 Microscópio ótico

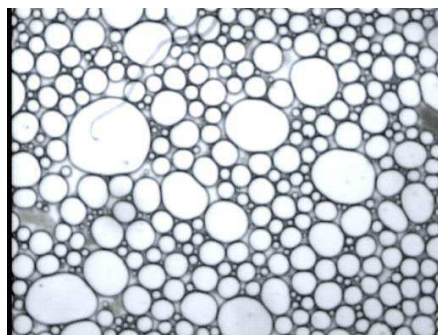
A análise no microscópio ótico permitiu realizar análises que inferem a respeito da estabilidade das emulsões formadas, através de medidas realizadas no programa Sigmam Scan.

5.3.1.1 Diâmetro médio das gotículas

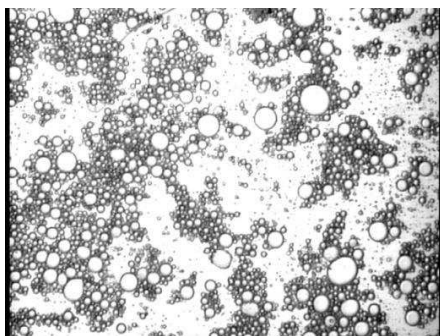
Através das micrografias das emulsões (Figuras 21 e 22), obtidas em microscópio ótico, foi realizada a análise do diâmetro médio das gotículas de óleo que compõem a fase dispersa. Foi analisado também o desvio padrão das gotículas. Segundo Chanamai, Herrman e McClements (1998), o conhecimento do tamanho das gotículas em uma emulsão colabora para a caracterização e levantamento de propriedades macroscópicas como cor, opacidade, reologia, coalescência e estabilidade da emulsão.



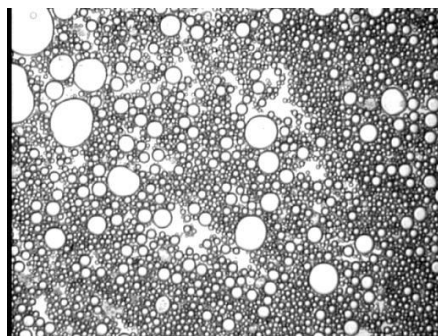
(a)



(a1)

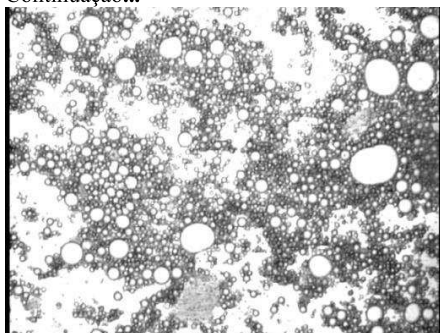
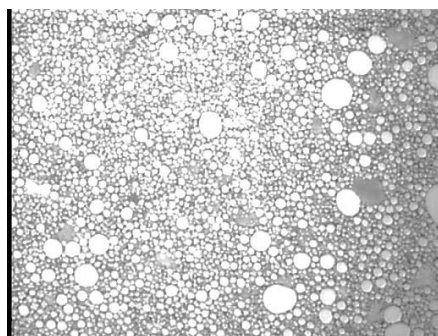
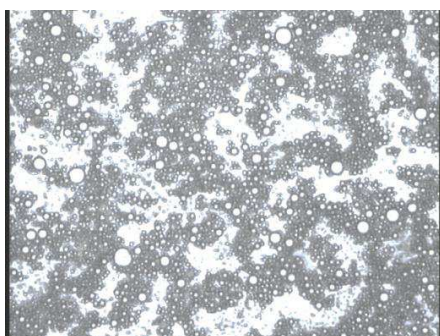
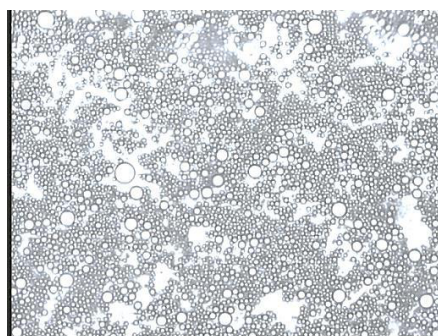
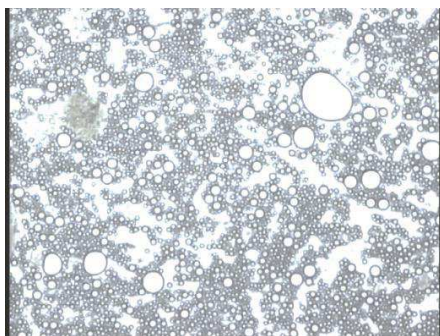
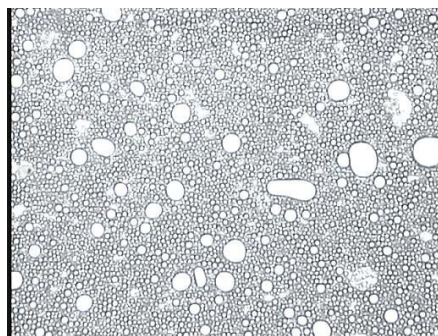


(a2)

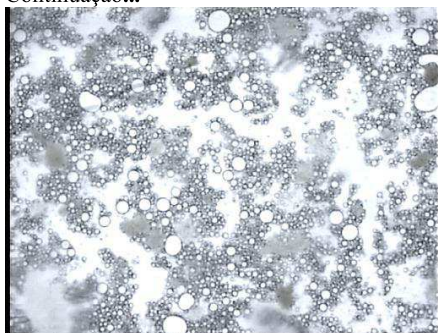


(a3)

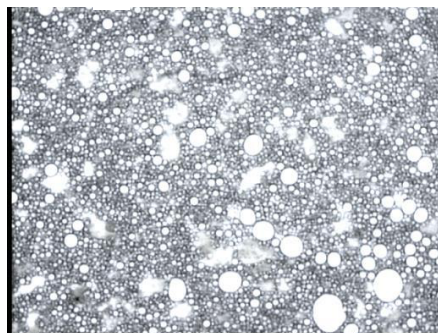
Continuação...

**(a4)****(a5)****(a6)****(a7)****(a8)****(a9)**

Continuação...

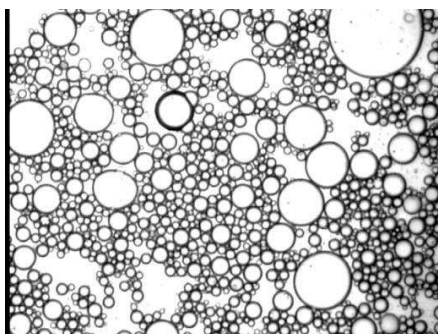


(a10)

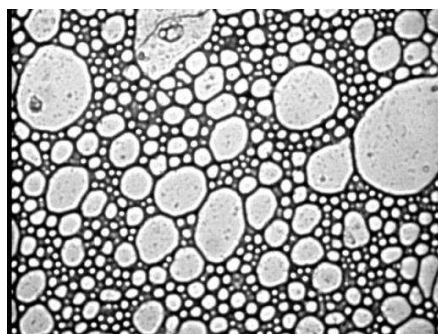


(a11)

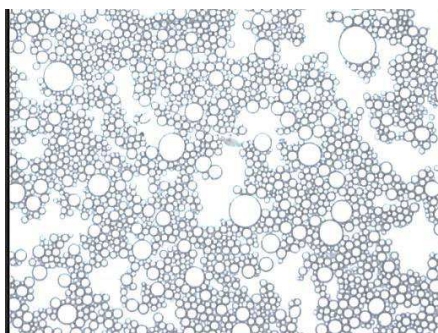
Figura 21 Micrografias das emulsões preparadas com hidrocoloides extraídos do ora-pro-nóbis secos em estufa a vácuo antes e após destabilização (a) 0,5% antes (a1) 0,5% depois (a2) 1,0% antes (a3) 1,0% depois (a4) 1,5% antes (a5) 1,5% depois (a6) 2,0% antes (a7) 2,0% depois (a8) 2,5% antes (a9) 2,5% depois (a10) 3,0% antes (a11) 3,0% depois



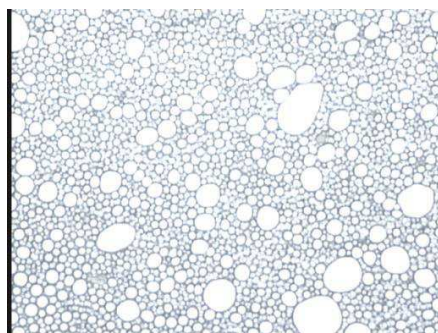
(b)



(b1)

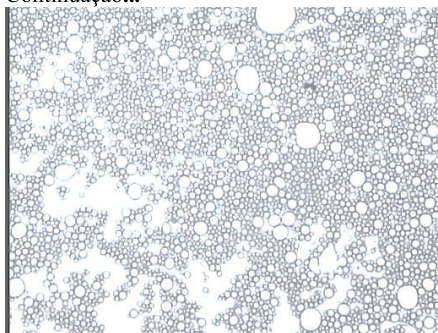
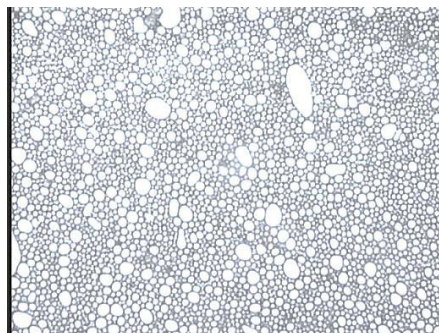
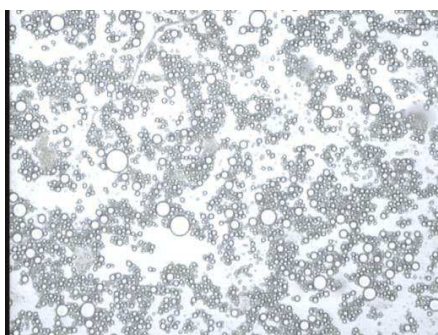
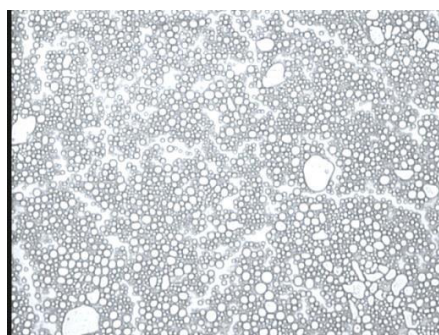
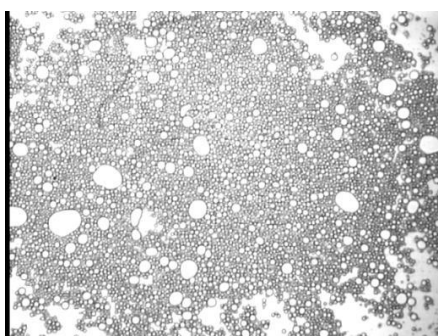
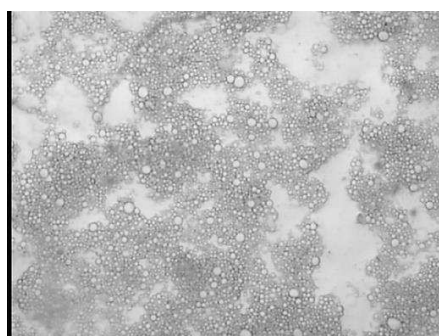


(b2)



(b3)

Continuação...

**(b4)****(b5)****(b6)****(b7)****(b8)****(b9)**

Continuação...

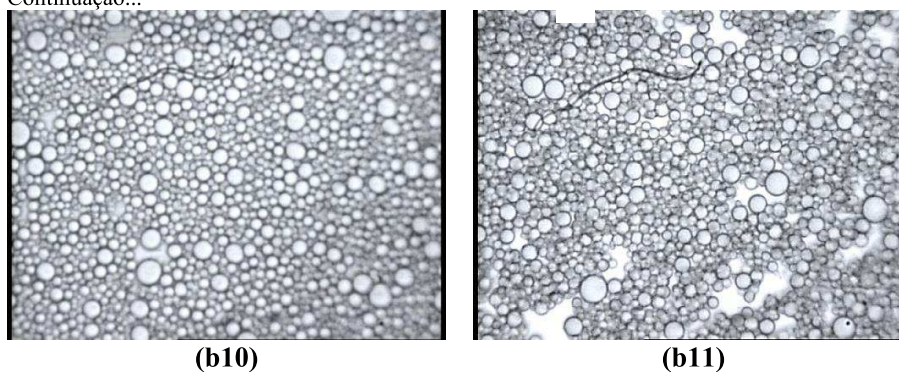


Figura 22 Micrografias das emulsões preparadas com hidrocoloides extraídos do ora-pro-nóbis secos em estufa a vácuo antes e após desestabilização (b) 0,5% antes (b1) 0,5% depois (b2) 1,0% antes (b3) 1,0% depois (b4) 1,5% antes (b5) 1,5% depois (b6) 2,0% antes (b7) 2,0% depois (b8) 2,5% antes (b9) 2,5% depois (b10) 3,0% antes (b11) 3,0% depois

Segundo McClements (2005) o desvio padrão representa o desvio do diâmetro das gotas da fase dispersa e mede a largura de distribuição do tamanho das gotículas.

A Tabela 9 representa a análise de variância para a influência do método de secagem e da concentração de hidrocoloides no diâmetro médio das gotículas. A análise estatística dos valores de diâmetro médio evidenciou que tanto o método de secagem quanto a concentração dos hidrocoloides influenciaram no diâmetro médio das gotículas de óleo.

Tabela 9 Análise de Variância para influência do método de secagem e concentração no diâmetro médio das gotículas (ANEXO L)

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
Secagem	1	39,458	39,458	12,995	0,0155*
Concentração	5	5436,665	1087,333	358,112	0,0000
Erro	5	15,181	3,037		

*5% de significância

As médias de diâmetro médio para as gotículas de óleo foram de 33,59 μm para as emulsões preparadas com hidrocoloides secos em liofilizador e de 37,22 μm para as emulsões nas quais se utilizou hidrocoloides secos em estufa a vácuo.

Com as temperaturas empregadas no processo de secagem em estufa a vácuo pode ocorrer a desnaturação de proteínas. Como entre as moléculas dos hidrocoloides extraídos do ora-pro-nóbis existe uma grande quantidade de proteínas, com a desnaturação o processo de adsorção dessas moléculas ao redor das gotículas de óleo pode ter sido prejudicado, o que resultou em gotículas maiores nas emulsões nas quais foram utilizados os hidrocoloides secos em estufa a vácuo.

Através da análise da Tabela 9 pode-se verificar que todas as concentrações apresentaram diferença significativa, ou seja, a concentração de hidrocoloides influencia no diâmetro médio das gotículas.

O Gráfico 4 representa os dados de diâmetro médio e desvio padrão para as emulsões.

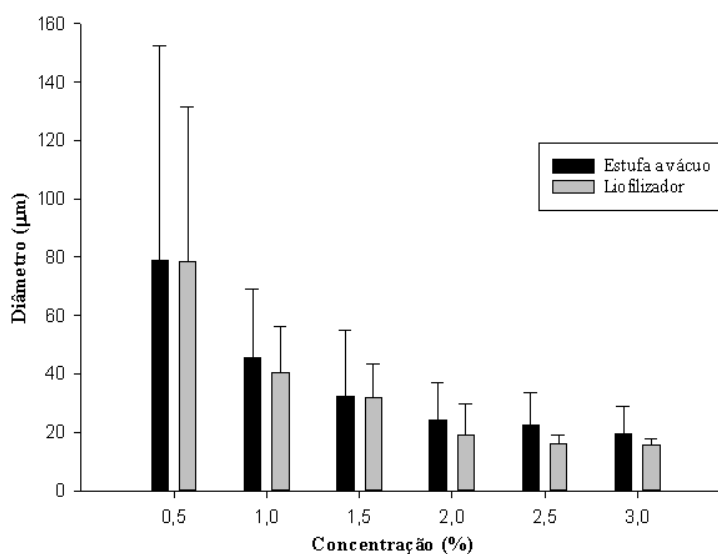


Gráfico 4 Dados de diâmetro médio e desvio padrão para as emulsões obtidas por hidrocoloides secos pelos dois métodos de secagem nas concentrações de 0,5%, 1,0%, 1,5%, 2,0%, 2,5% e 3,0%

Por meio do gráfico 4 pode-se verificar que o diâmetro médio das gotículas presentes nas emulsões diminui com o aumento da concentração de hidrocolóides usando e apresentando comportamento semelhante para as emulsões obtidas pelos dois tipos de hidrocolóides, secos em estufa a vácuo e em liofilizador.

O diâmetro médio é máximo na concentração de 0,5% de hidrocolóides a partir do qual começa a cair até atingir o diâmetro médio mínimo na concentração de 3,0%. Comportamento semelhante ocorre com o desvio padrão. Pode-se concluir que quanto maior é o desvio padrão calculado, maior é a variação de tamanho entre as gotículas presentes na emulsão. Sendo assim, na concentração de 3% obteve-se a maior homogeneidade das gotículas de óleo e gotículas mais homogêneas resultam em emulsões mais estáveis. O diâmetro médio das gotículas de óleo variou de 9,9 μ m a 105,8 μ m.

Dokic, Krstonosic e Nikolic (2012) estudaram a capacidade emulsionante de amido OSA e o resultado encontrado foi semelhante a este trabalho, quanto maior a concentração de agente emulsionante, menor é o diâmetro das gotículas de óleo na emulsão e menor é o desvio padrão do diâmetro. Segundo os autores, com uma maior concentração, tem-se uma adsorção mais rápida dos compostos ao redor das gotículas formadas durante o processo de emulsificação, o que dificulta processos de coalescência, por exemplo, fazendo com que as gotículas sejam menores.

Segundo Dokic, Krstonosic e Nikolic (2012), com uma maior concentração de agente emulsificante, tem-se uma camada mais espessa desses compostos ao redor das gotículas de óleo, o que aumenta a estabilidade do sistema. Além disso, os autores afirmam que devido à estrutura macromolecular os compostos podem aumentar a viscosidade da fase contínua, o que dificulta a mobilidade das gotículas de óleo e conseqüentemente de processos de desestabilização.

No gráfico 5 pode-se notar o aumento do diâmetro das gotículas de óleo após o processo de desestabilização em centrifuga causado nas emulsões.

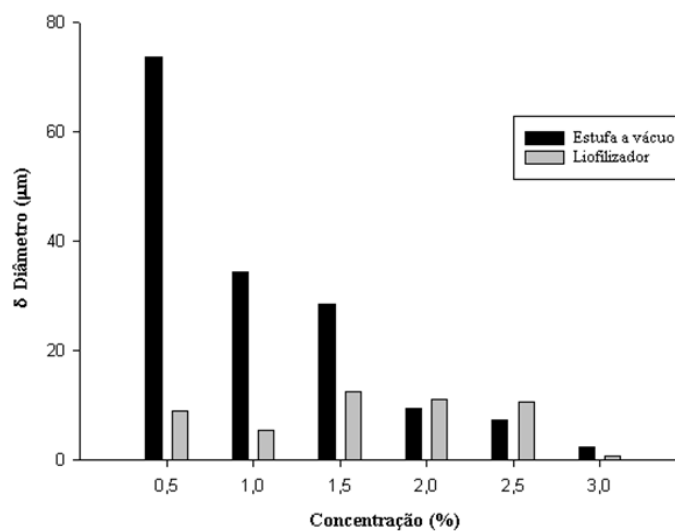


Gráfico 5 Diferença dos valores de diâmetro médio das gotículas de óleo antes e após o processo de desestabilização em centrífuga

A Tabela 10 representa os dados de diâmetro médio para as emulsões obtidas por hidrocoloides secos pelos dois métodos de secagem em todas as concentrações.

Tabela 10 Diâmetro médio das emulsões

Concentração	Diâmetro médio	
	Estufa a vácuo	Liofilizador
0,5	79.09±73.57 A*	78.57±52.76 a*
1,0	45.49±23.46 B	40.36±15.68 b
1,5	32.49±22.55 C	31.69±11.69 c
2,0	24.18±12.90 D	19.06±10.52 d
2,5	22.65±10.69 E	16.15±3.05 e
3,0	19.40±9.34 F	15.70±2.25 f

*Médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna diferem entre si pelo Teste Tukey ($p > 0,05$)

Em geral, emulsões contendo pequenas gotículas de óleo são muito estáveis à coalescência. Além disso, quando as proteínas são usadas para estabilizar essas emulsões, elas tendem a criar interfaces muito estáveis. Assim, ambos os fatores podem ter atuado para reduzir a ruptura de interface e coalescência (WALSTRA, 2003 citado por BELLALTA et al., 2012).

Para as emulsões preparadas com hidrocoloides secos em estufa a vácuo pode-se analisar que quanto maior é a concentração de hidrocoloides usada menor é o aumento no diâmetro das gotículas, isso ocorre devido à grande quantidade de hidrocoloides na interface das gotículas. Já as emulsões nas quais foram utilizados hidrocoloides secos em liofilizador o maior aumento no diâmetro ocorreu na concentração de 1,5% e o menor na concentração de 3,0%.

As emulsões com concentrações de 0,5% e 1,0% não tiveram grandes aumentos nos diâmetros, 11% e 13% respectivamente. Esses resultados demonstram através da microestrutura das amostras os resultados obtidos para a estabilidade das emulsões. Comparando os resultados podemos ver que as emulsões mais estáveis pela análise física são as emulsões que apresentaram menores aumentos no diâmetro médio, demonstrando que essas emulsões não sofreram ou sofreram poucos processos de desestabilização por coalescência e envelhecimento de Ostwald.

5.3.1.2 Número de gotículas

A análise do número de gotículas foi realizada em áreas definidas das micrografias. O Gráfico 6 representa a relação entre a concentração de hidrocoloides e o número de gotículas nas emulsões. Pode-se notar através do gráfico que ocorre um aumento no número de gotículas de óleo com o aumento da concentração de hidrocoloides.

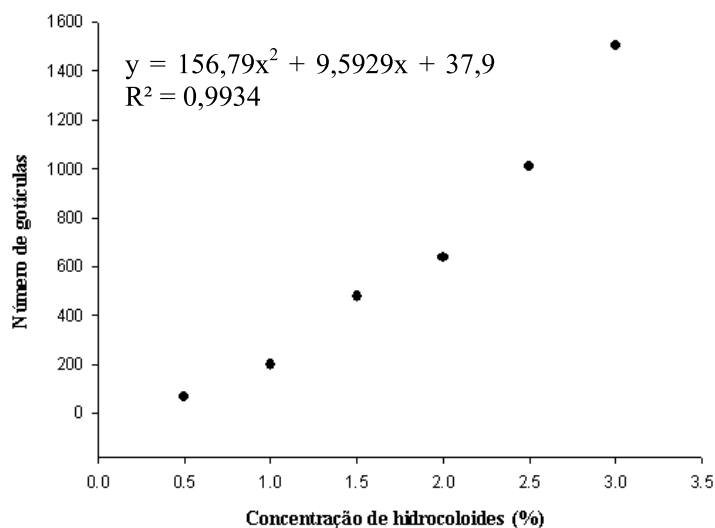


Gráfico 6 Relação entre a concentração de hidrocoloides *versus* o número de gotículas

A influência da concentração de hidrocoloides no número de gotículas obtido nas emulsões foi modelada pela equação representada no Gráfico 6. O modelo foi ajustado quanto à falta de ajuste e significância dos parâmetros da regressão. A concentração apresentou parâmetros de regressão significativos ($p < 0,05$) para o modelo de segundo grau. O modelo apresentou coeficiente de correlação 99,34%.

Segundo Mirhossein et al. (2007), a adsorção de surfactantes nas interfaces óleo-água diminui a energia interfacial, facilitando o cisalhamento das gotas, assim ocorre o aumento do número de gotículas, conforme aumenta-se a concentração dos hidrocoloides ou agente emulsificante na emulsão. Pelos resultados obtidos pode-se verificar que os hidrocoloides quando usados em maiores concentrações facilitam o cisalhamento, resultando em um maior número de gotículas de óleo dispersas em água.

A emulsão obtida com a menor concentração de hidrocoloides (0,5%) obteve média de 69 gotículas na área estudada enquanto a emulsão com a maior concentração

de hidrocoloides (3,0%) obteve média de 1504 gotículas. Foi notado um aumento de aproximadamente 22 vezes na quantidade de gotículas dispersas, em relação a um aumento de 6 vezes na concentração de hidrocoloides.

5.3.1.3 Distribuição do tamanho das gotículas

A distribuição do tamanho das gotículas visa mostrar a dispersão que ocorre no tamanho das gotículas. A partir dessa análise pode-se verificar se as emulsões são homogêneas ou heterogêneas quanto ao tamanho das gotículas. Segundo Walstra (2003), é importante ter conhecimento da distribuição completa de tamanho de gotícula, uma vez que este contém informações sobre as características de todas as gotículas presentes, e sobre a possível origem e natureza de qualquer instabilidade no sistema.

O Gráfico 7 representa a distribuição do diâmetro das gotículas.

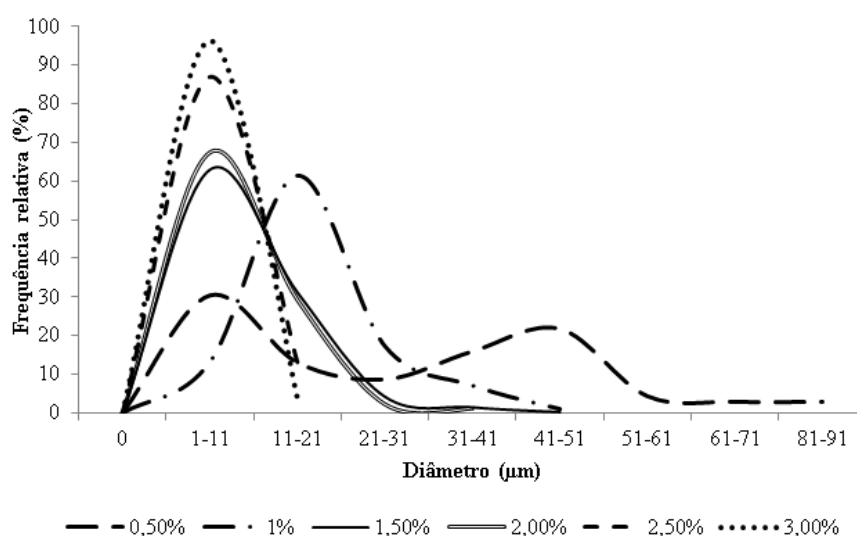


Gráfico 7 Distribuição do diâmetro das gotículas

Pela análise do Gráfico 7 podemos verificar que quanto maior a concentração de hidrocoloides utilizada no preparo das emulsões, mais uniforme é a

distribuição do tamanho das gotas, ou seja, o gráfico da frequência relativa em relação ao diâmetro das gotículas apresenta apenas um pico de maior amplitude vertical mostrando assim que o sistema é mais homogêneo.

As emulsões preparadas com menores concentrações de hidrocoloides apresentam dois picos para a frequência relativa dos diâmetros ou apresentam um único pico de menor amplitude vertical e maior amplitude horizontal, mostrando uma menor homogeneidade no tamanho das gotículas, sendo sistemas mais complexos e de menor estabilidade.

Pode-se notar, que a emulsão na qual se utilizou concentração de 0,5% de hidrocoloides apresenta uma grande faixa de distribuição de diâmetros de gotículas, mostrando ser uma emulsão muito heterogênea e possivelmente com baixa estabilidade, isso acontece segundo Walstra (2003) pela baixa interação entre agente tensoativo e interface gotícula e meio contínuo, e também pela pequena concentração de agente emulsional, facilitando mecanismo de desestabilização, como a coalescência o que resulta em uma emulsão polidispersa e bimodal.

O gráfico 7 demonstra que a faixa de distribuição do diâmetro das gotículas para a concentração de 3% é muito restrita, sendo que aproximadamente 97% das gotículas apresentam diâmetros entre 1 a 11 μ m caracterizando uma emulsão com diâmetros muito homogêneos e conseqüentemente com alta estabilidade. Pode-se notar que a concentração de 3,0% e de 2,5% se caracteriza mais próxima a de emulsão monodispersa e monomodal.

5.3.1.4 Perímetro e área

Como as emulsões preparadas com hidrocoloides secos em liofilizador apresentaram valores de diâmetro médio menores sugerindo maior estabilidade nessas emulsões, apenas essas emulsões foram analisadas, quanto aos parâmetros perímetro, área e volume, para melhor caracterização.

O perímetro e a área são dois parâmetros muito importantes para o entendimento da forma das gotículas. Segundo Fennema (2007), o entendimento da forma das gotículas é de grande importância para compreensão de várias características e do comportamento da emulsão. O perímetro corresponde à soma em pixels ao redor do objeto e a área à soma em pixels dentro do objeto.

Os Gráficos 8 e 9 apresentam a relação entre as concentrações e os parâmetros perímetro e área, respectivamente.

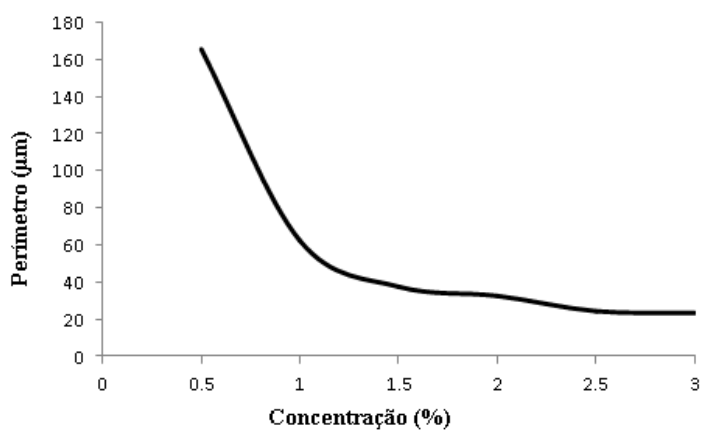


Gráfico 8 Relação entre concentração de hidrocoloides versus perímetro das gotículas

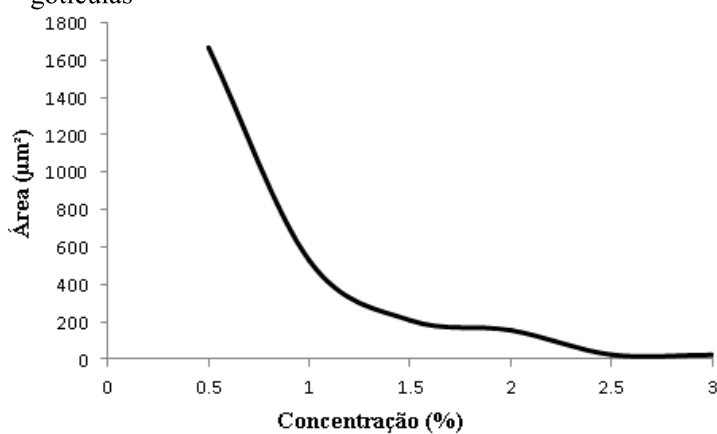


Gráfico 9 Relação entre concentração de hidrocoloides versus área das gotículas

Pela análise dos gráficos 8 e 9, verifica-se que com o aumento da concentração de hidrocoloides no preparo da emulsão há uma diminuição do perímetro e da área das gotículas. Entre as concentrações de 0,5% (área $1668,2 \mu\text{m}^2$ e perímetro de $165,5\mu\text{m}$) e 1% (área $528,14 \mu\text{m}^2$ e perímetro de $62,41\mu\text{m}$) existe uma forte queda na área e no perímetro das gotículas.

A variação total na concentração de hidrocoloides de 0,5% a 3% resultou em uma variação na área de $72,9 \mu\text{m}^2$ e no perímetro de $23,3\mu\text{m}$. Essa elevada variação evidencia que com o aumento da concentração declina o tamanho das gotículas de emulsão.

Entre as concentrações 2,5% e 3%, nota-se uma estabilização dos dois parâmetros, sendo a variação muito pequena. Assim pode-se afirmar que a partir da concentração de 2,5% o perímetro e a área se tornam relativamente estáveis com o aumento da concentração de hidrocoloides.

5.3.1.5 Volume

Informa o volume estimado de um objeto selecionado. O volume assume que o objeto 3D é radialmente simétrico em torno de seu principal. O Gráfico 10 representa a relação entre a concentração de hidrocoloides utilizada e o volume das gotículas de óleo.

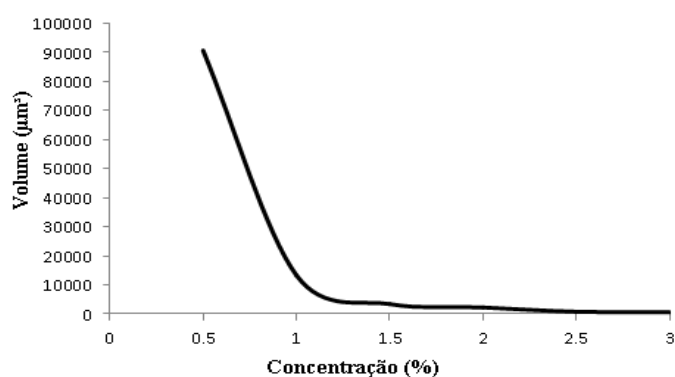


Gráfico 10 Relação entre a concentração de hidrocoloides versus o volume das gotículas

Segundo Fennema (2007), a fração volumétrica da fase dispersa exerce um grande efeito sobre a viscosidade da emulsão, variando de um líquido fino a uma espécie de pasta conforme a variação do volume das gotículas. Existe também a relação de estabilidade e uniformidade, em que gotículas com volumes maiores são menos estáveis e mais propensas a mecanismos de instabilidade, como floculação, coalescência, e agregação.

Pela análise do Gráfico 10, nota-se uma queda acentuada do volume entre as concentrações de 0,5% a 1,0%, com uma diminuição do volume em aproximadamente 10 vezes.

Pode-se entender também que a partir da concentração de 2,0% há uma relativa estabilidade no volume das gotículas tendo-se apenas uma pequena diminuição com o aumento das concentrações. Essa redução no volume indica um aumento na estabilidade das emulsões com maiores concentrações de hidrocoloides, já que com menores volumes essas emulsões tornam-se menos propensas a mecanismos de desestabilização.

5.3.1.6 Relação entre diâmetro médio e viscosidade

O Gráfico 11 demonstra a relação entre o diâmetro médio e a viscosidade aparente das emulsões. A avaliação da distribuição do tamanho das gotas na emulsão tem relação direta com a viscosidade, como demonstra o Gráfico 11.

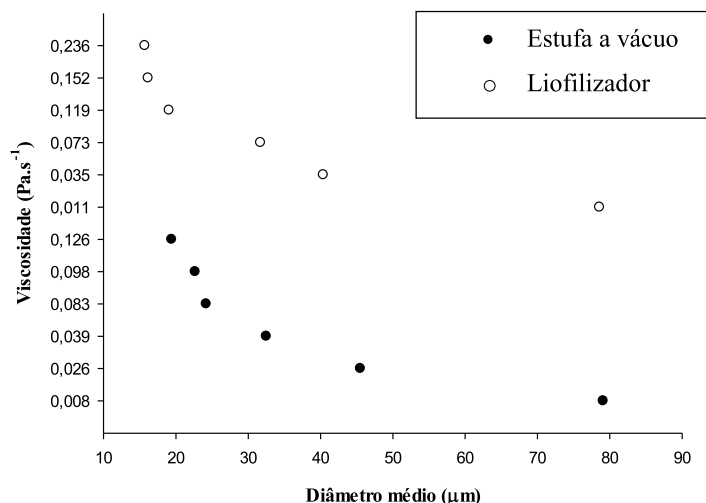


Gráfico 11 Relação entre diâmetro médio e viscosidade aparente das emulsões preparadas com hidrocoloides secos em estufa a vácuo e em liofilizador

Pela análise dos gráficos nota-se que quanto menor é o diâmetro médio, das gotículas, encontrado nas emulsões maior é a viscosidade aparente das emulsões.

Pode-se verificar que a viscosidade aparente das emulsões preparadas com hidrocoloides secos em estufa a vácuo variou de $0,008 \text{ Pa.s}^{-1}$ a $0,126 \text{ Pa.s}^{-1}$, enquanto que o diâmetro médio das emulsões variou de $79,09 \mu\text{m}$ a $19,40 \mu\text{m}$. Já nas emulsões preparadas com hidrocoloides secos em liofilizador a variação foi de $0,011 \text{ Pa.s}^{-1}$ a $0,236 \text{ Pa.s}^{-1}$ para a variação de diâmetro de $78,57 \mu\text{m}$ a $15,70 \mu\text{m}$.

Para avaliar a influência do tamanho de gota sobre a viscosidade em uma emulsão, Salager (1993) pesquisou emulsões com o mesmo conteúdo de fase interna, mas distintas quanto ao tamanho de gotas. Assim, as emulsões de gotas pequenas tinham viscosidade maior e as emulsões com gotas maiores tinham viscosidade menor.

Chanamai e Mc Clements (2000) estudaram a influência da concentração de gotículas, tamanho das gotículas e dispersão das mesmas na

estabilidade e nas propriedades reológicas de emulsões. Segundo os autores a viscosidade aparente das emulsões aumenta com o aumento da concentração de gotículas e com a diminuição do tamanho das gotículas, a viscosidade aparente das emulsões contendo gotículas menores foi significativamente maior que a viscosidade aparente das emulsões contendo grandes gotas.

5.3.2 Microscopia de Fluorescência

A microscopia de fluorescência permite uma avaliação qualitativa da microestrutura das emulsões evidenciando a presença de compostos pela utilização de fluorocromos. Os fluorocromos são substâncias que se ligam a compostos específicos e quando visualizados com o comprimento de onda adequado causam fluorescência, no local onde se localizam as moléculas. Schmitt et al. (2001) ao estudarem o complexo formado entre goma acácia e β -lactoglobulina e a interação de suas macromoléculas usaram fluoresceína isotiocianato (ITC), para marcar a proteína e isotiocianato de rodamina B (RITC) para marcar os biopolímeros (proteínas e carboidratos) da goma acácia.

A Figura 23 ilustra as micrografias obtidas a partir do microscópio de fluorescência.

A análise microscópica das emulsões utilizando-se os fluorocromos fluoresceína isotiocianato (ITC) e rodamina demonstrou fluorescência ao redor das gotículas de óleo, evidenciando que as moléculas de proteína e de polissacarídeos foram adsorvidas ao redor das gotículas. A adsorção dessas moléculas ao redor das gotículas mostra que realmente os hidrocolóides adicionados às emulsões atuaram como agentes emulsificantes e estabilizantes.

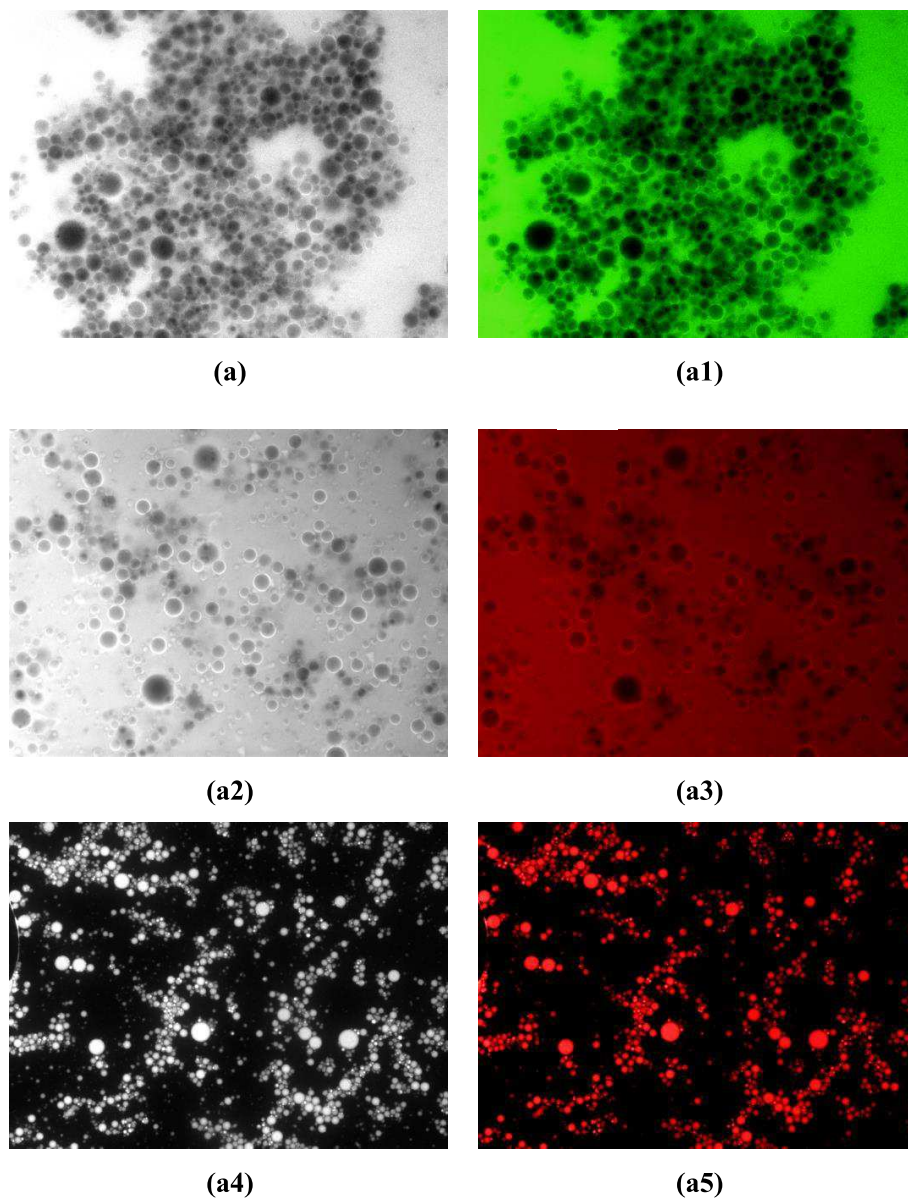


Figura 23 Fotomicrografia em Microscópio de Fluorescência (a) Fluoresceína ITC (a1) Fluoresceína ITC com filtro (a2) Rodamina B (a3) Rodamina B com filtro (a4) Nile Red (a5) Nile Red com filtro

Vermelho do Nilo é um corante lipofílico que possui fluorescência em ambiente sensível. Esse corante é intensamente fluorescente em ambientes ricos em lípidos, e possui um mínimo de fluorescência em meios aquosos. É um excelente corante para a detecção de gotas de lípidos intracelulares com microscopia de fluorescência e citometria de fluxo. O corante aparece como manchas vermelhas quando em presença de gotículas lipídicas (ATT BIOQUEST, 2012).

A análise das emulsões com o fluorcromo Vermelho do Nilo demonstrou alta fluorescência, podendo-se evidenciar grande quantidade de gotículas lipídicas, o que já se esperava, já que as emulsões foram preparadas utilizando-se óleo.

Calcoflúor é um branqueador fluorescente usado para localizar moléculas β (1-3), (1-4)-D-glucana em grãos de cereais. Esse fluorcromo fluoresce em soluções que ocorre com a presença de glucano, sendo usado para marcar polissacarídeos.

O calcoflúor branco não apresentou fluorescência na análise das emulsões, uma vez que as amostras não apresentam moléculas de glucano.

6 CONCLUSÃO

A caracterização do comportamento reológico, através das curvas de fluxo, evidenciou que as emulsões óleo em água preparadas com hidrocoloides extraídos do ora-pro-nóbis apresentam comportamento de fluido não newtoniano, sendo caracterizadas como fluidos pseudoplásticos e a Lei da Potência apresentou o melhor ajuste aos dados experimentais.

Os parâmetros índice de consistência (k) e comportamento de fluxo (n) da Lei da Potência foram influenciados pelo método de secagem dos hidrocoloides e pela concentração de hidrocoloides utilizada, sendo que os valores de k foram maiores para as emulsões nas quais se utilizou hidrocoloides liofilizados e os valores de n maiores para as emulsões nas quais se utilizou hidrocoloides secos em estufa a vácuo. Os valores de n foram influenciados negativamente com o aumento da concentração ao contrário dos valores de k . A viscosidade aparente, sob taxa de 100s^{-1} , das emulsões aumentou com o aumento da concentração de hidrocoloides utilizada.

O método de secagem e a concentração de hidrocoloides utilizada influenciaram no comportamento tixotrópico das emulsões, sendo que os hidrocoloides liofilizados resultaram em emulsões com média maior para o valor de tixotropia e o comportamento tornou-se mais evidente quanto maior foi a concentração de hidrocoloides utilizada.

A varredura de frequência mostrou que as emulsões apresentam valores de módulo elástico (G') e módulo viscoso (G'') dependentes da frequência, sendo fluidos viscoelásticos, no entanto, em toda a faixa de frequência analisada os valores de G' foram superiores aos de G'' predominando o comportamento elástico.

Através da varredura de temperatura no intervalo de 10°C a 70°C verificou-se que os valores de G' e G'' aumentam com o aumento da temperatura, sendo que os valores de G' sofreram maior influência da temperatura.

O método de secagem e a concentração de hidrocoloides utilizada não influenciaram na capacidade dos hidrocoloides em formar emulsão. No entanto, ao se avaliar a estabilidade das emulsões formadas verificou-se que a concentração de hidrocoloides é significativa, sendo que quanto maior foi a concentração utilizada maior foi a estabilidade das emulsões.

As micrografias obtidas em microscópio ótico revelaram que o método de secagem e a concentração de hidrocoloides influenciaram no diâmetro médio das gotículas de óleo, sendo que hidrocoloides liofilizados resultaram em emulsões com gotículas menores e o diâmetro foi mínimo na concentração de 3,0%. Essa concentração também apresentou o menor aumento no tamanho das gotículas com o processo de desestabilização.

A análise das micrografias das emulsões preparadas com hidrocoloides liofilizados revelou que com o aumento na concentração de hidrocoloides ocorreu o aumento no número de gotículas de óleo, maior uniformidade no tamanho das gotículas, redução no perímetro, na área e no volume das gotículas.

Através da microscopia de fluorescência concluiu-se que os hidrocoloides extraídos do ora-pro-nóbis (proteínas e polissacarídeos) ficam adsorvidos ao redor das gotículas de óleo, atuando como agentes emulsificantes e estabilizantes das emulsões analisadas.

REFERÊNCIAS

ALMEIDA, F. A. C.; FONSECA, K. S.; GOUVEIA, J. P. G. Secagem natural de gergelim e determinação da umidade de equilíbrio. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, v. 3, n. 3, p. 343-348, 1999.

ALMEIDA FILHO, J.; CAMBRAIA, J. Estudo do valor nutritivo do “ora-pronobis” (*Pereskia aculeata* Mill.). **Ceres**, Viçosa, MG, v. 21, p. 105-111, 1974.

ALVES, M. M. M. A reologia. In: DE CASTRO, A. G. (Coord.). **A química e a reologia no processamento de alimentos**. Lisboa: Instituto Piaget, 2003.

ARAÚJO, J. **Química de alimentos: teoria e prática**. 2. ed. Viçosa, MG: UFV, 1995. 335 p.

AS GRANDES gomas. **Aditivos e Ingredientes**, São Paulo, v. 79, p. 25-38, 2011.

ASPINALL, G. O. Gums and mucilages. **Advances in Carbohydrate Chemistry & Biochemistry**, New York, v. 24, p. 333- 379, 1969.

ATT BIOQUEST. **Nile red * Ultra pure grade * Assay protocol with Nile red**. [S. l.: s. n.], 2012.

BARBOSA-CÁNOVAS, G. V.; IBARZ, A.; PELEG, M. Propriedades reológicas de alimentos fluidos. Revision. **Alimentaria**, Madrid, n. 241, p. 39-49, 1993.

BARNES, H. A.; HERTTON, J. F.; WALTER, K. **An introduction to Rheology**. Amsterdam: Elsevier Science, 1989. 199 p.

BASF. **Óleos**. 2004. Disponível em: <<http://www.basf.com.br/>>. Acesso em: 8 mar. 2013.

BELLALTA, P. et al. Rheological and microstructural characterization of WPI-stabilized O/W emulsions exhibiting time-dependent flow behavior. **LWT - Food Science and Technology**, London, v. 46, n. 2, p. 375–381, 2012.

BERNHEIMER, A. W.; AVIGAD, L.S. Nature and properties of a cytological agent produced by *Bacillus subtilis*. **Journal of General Microbiology**, London, v. 61, p. 361–369, 1970.

BHATTACHARYA, S.; BHAT, K. K.; RAGHUVAR, K. G. Rheology of Bengal gram (*Cicer arietinum*) flour suspensions. **Journal of Food Engineering**, Essex, v. 17, p. 83–96, 1982.

BHATTACHARYA, S. N. **Rheology: fundamentals and measurements**. Melbourne: Royal Melbourne Institute of Technology, 1997.

BOBBIO, P. A. BOBBIO, F.O. **Química do processamento de alimentos**. 2. ed. São Paulo: Varela, 1995. 151 p.

BONTORIM, G. **Estudo de estabilidade de emulsão cosmética utilizando reologia e técnicas convencionais de análise**. 2009. 74 p. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2009.

BOSS, E. A. **Modelagem e otimização do processo de liofilização: aplicação para leite desnatado e café solúvel**. 2004. 129 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2004.

BOURNE, M. C. **Food texture and viscosity: concept and measurement**. 2nd ed. New York: Academic, 2002.

CALERO, N. et al. Influence of chitosan concentration on the stability, microstructure and rheological properties of O/W emulsions formulated with high-oleic sunflower oil and potato protein. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 30, n. 1, p. 152–162, Jan. 2013.

CAMPANELLA, O. H.; DORWARD, N. M.; SINGH, H. A study of the rheological properties of concentrated food emulsions. **Journal of Food Engineering**, Essex, v. 25, n. 3, p. 427–440, Jan. 1995.

CASTRO, G. A. **A química e a reologia no processamento de alimentos**. Lisboa: Ciência e Técnica, 2003. 295 p.

CHANAMAI, R.; HERRMAN, N.; MCCLEMENTS, D. J. Ultrasonic spectroscopy study of flocculation and shear-induced flocculation in oil-in-water emulsions. **Journal of Colloid and Interface Science**, New York, v. 204, n. 2, p. 268-276, Aug. 1998.

CHANAMAI, R.; MCCLEMENTS, D. J. Dependence of creaming and rheology of monodisperse oil-in-water emulsions on droplet size and concentration. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, Amsterdam, v. 172, n. 1-3, p. 79–86, Oct. 2000.

CHOI, Y. H.; YOO, B. Characterization of time-dependent flow properties of food suspensions. **International Journal of Food Science and Technology**, Oxford, v. 39, p. 801-805, 2004.

COIA, K. A.; STAUFFER, K. R. Shelf life study of oil/water emulsions using various commercial hydrocolloids. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 52, p. 166–172, 1987.

CORREDIG, M.; SHARAFBAFI, N.; KRISTO, E. Polysaccharide–protein interactions in dairy matrices, control and design of structures. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 25, n. 8, p. 1833–1841, Dec. 2011.

CRONQUIST, A. “**An integrated system of classification of flowering plants**”. New York: Columbia University, 1981. p. 257-261.

CUNHA, R. L. Polissacarídeos da biodiversidade brasileira: uma oportunidade de transformar conhecimento em valor econômico. **Química Nova**, São Paulo, v. 32, n. 3, p. 649–660, 2009.

DAYRELL, M. S. “**Extração e estudo do valor nutritivo de proteínas de folhas de ora-pro-nóbis (Pereskia aculeata Miller)**”. 1977. 106 p. Tese (Doutorado em Ciências) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 1977.

DERKACH, S. R. Rheology of emulsions. **Advances in Colloid and Interface Science**, Amsterdam, v. 151, n. 1/2, p. 1–23, Oct. 2009.

DEVAHASTIN, S. et al. A comparative study of low-pressure superheated steam and vacuum drying of a heat-sensitive material. **Drying Technology**, New York, v. 22, n. 8, p. 1845-1867, 2004.

DICKINSON, E. **An Introduction to food colloids**. Oxford: Oxford Science, 1992.

DICKINSON, E. Hydrocolloids at interfaces and the influence on the properties of dispersed systems. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 17, p. 25–39, 2003.

DOKIĆ, L.; KRSTONOŠIĆ, V.; NIKOLIĆ, I. Physicochemical characteristics and stability of oil-in-water emulsions stabilized by OSA starch. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 29, n. 1, p. 185–192, Oct. 2012.

EMULSIFICANTES em panificação. Disponível em: <<http://www.oxiteno.com.br/aplicacoes/mercados/doc/documento.asp?artigotecnico=1&segmento=0100&idioma=PO&r=.pdf>>. Acesso em: 16 dez. 2014.

FELLOWS, P. J. **Tecnologia do processamento de alimentos: princípios e prática**. 2. ed. Porto Alegre: Artmed, 2006. p. 25-32.

FENNEMA, O. R. **Química de alimentos de Fennema**. São Paulo: Artmed, 2007.

FINCHER, G. B.; STONE, B. A. Arabinogalactan-proteins : structure, biosynthesis, and function. **Annual Review of Plant Biology**, Palo Alto, v. 34, p. 47–70, 1983.

FOOD INGREDIENTS BRASIL. 2013. Disponível em: <<http://www.revista-fi.com/materias/324.pdf>>. Acesso em: 16 dez. 2014.

FRIBERG, S.; LARSSON, K.; SJOBLOM, J. **Food emulsions**. New York. M. Dekker, 2004.

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, 1989.

HENNOCK, M.; RAHALKAR, R. R.; RICHMOND, P. Effect of xanthan gum upon the rheology and stability of oil–water emulsions. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 49, p. 1271–1274, 1984.

HOLDSWORTH, S. D. Applicability of rheological models to the interpretation of flow and processing behaviour of fluid food products. **Journal of Texture Studies**, New Jersey, v. 2, n. 4, p. 393-418, 1971.

IBARZ, A.; BARBOSA-CÁNOVAS, G. V. **Operaciones unitarias en la ingeniería de alimentos**. Pennsylvania: Technomic, 1996. p. 85-204.

INTERNATIONAL CONFERENCE ON HALAL GUMS. 2012. Disponível em: <<http://www.icohag.com/index.php/introduction>>. Acesso em: 2 out. 2013.

GOTTSCHALK, A. Glycoproteins: their composition, structure and function. 2nd ed. New York: Elsevier, 1972. Disponível em: <<http://www.icohag.com/index.php/introduction>>. Acesso em: 2 out. 2013.

GUZEY, D.; MCCLEMENTS, D. J. Formation, stability and properties of multilayer emulsions for application in the food industry. **Advances in Colloid and Interface Science**, Amsterdam, v. 128-130, n. 2006, p. 227–248, Dec. 2006.

HAMINIUK, C. W. I. **Estudo do comportamento reológico e colorimétrico de misturas ternárias e sistemas pécticos de polpas de morango, amora-preta e framboesa**. 2007. 124 p. Dissertação (Doutorado em Ciência dos Alimentos) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2007.

HOLDSWORTH, S. D. Applicability of rheological models to the interpretation of flow and processing behaviour of fluid food products. **Journal of Texture Studies**, New Jersey, v. 2, n. 4, p. 393-418, 1971.

İBANOĞLU, E. Rheological behaviour of whey protein stabilized emulsions in the presence of gum arabic. **Journal of Food Engineering**, Essex, v. 52, n. 3, p. 273–277, May 2002.

JAFELICCI JÚNIOR, M.; VARANDA, L. C. **Química Nova na Escola**, São Paulo, n. 9, v. 18, p. 9-13, 1999.

JAMIESON, G. S. **Vegetable fats and oils**. New York: The Chemical Catalog, 1932. p. 444.

JASEN, K. M. B.; AGTEROF, W. G. M.; MELLEMA, J. Viscosity of surfactant stabilized emulsions. **Journal Rheology**, Melville, v. 45, p. 1359-1371, 2001.

JILLAVENKATESA, A.; DAPKUNAS, S. J.; LIN-SIEN, H. L. **Particle size characterization**. [S. l.]: National Institute of Standards and Technology, 2001. 165 p.

JOLY, A. B. **Botânica**: introdução à taxonomia vegetal. 12. ed. São Paulo: Nacional, 1998. p. 280-281.

JONES, J. K. N.; SMITH, F. Plant gums and mucilages. **Advance Carbohydrate Chemistry**, Amsterdam, v. 4, p. 243-292, 1949.
JORNAL ESTADO DE MINAS. Belo Horizonte, 28 jul. 2003.
Caderno Agropecuário, p. 12.

KALÁB, M.; ALLAN-WOJM, P.; MILLER, S. S. Microscopy and other imaging techniques in food structure analysis. **Trends in Food Science & Technology**, Cambridge, v. 6, p. 177-186, 1995.

KING, C. J. Spray drying of food liquids and volatiles retention. In: BRUIN, S. (Ed.). **Preconcentration and drying of food materials**. Amsterdam: Elsevier, 1988.

KINUPP, V. F.; INCHAUSTI, I. B. Teores de proteína e minerais de espécies nativas, potenciais hortaliças e frutas Protein and mineral contents of native species, potential vegetables, and fruits. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 28, n. 4, p. 846-857, 2008.

KOMPANY, E. et al. Carrot dehydration for instant rehydration: dehydration kinetics and modeling. **Drying Technology**, New York, v. 11, n. 3, p. 451-470, 1993.

KROKIDA, M. K.; ZOGZAS, N. P.; MAROULIS, Z. B. Modeling shrinkage and porosity during vacuum dehydration. **International Journal of Food Science and Technology**, Oxford, v. 32, p. 445-458, 1997.

LEE, C. H.; MOTURI, V.; LEE, Y. Thixotropic property in pharmaceutical formulations. **Journal of Controlled Release**, Amsterdam, v. 136, n. 2, p. 88-98, 2009.

LIAPIS, A. I.; MILLMAN, M. J.; MARCHELLO, J. M. An Analysis of the lyophilization process using a sorption-sublimation model and various operational policies. **AIChE Journal**, Missouri, v. 31, n. 10, p. 1594-1604, 1985.

LIMA JUNIOR, F. A. et al. Response surface methodology for optimization of the mucilage extraction process from *Pereskia aculeata* miller. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 33, p. 38-47, 2013.

LIVI, C. P. **Fundamentos de fenômenos de transporte**: um texto para cursos básicos. Rio de Janeiro: LCT, 2004. 224 p.

LYSSANT, K. **Emulsions and emulsions technology**; surfactant science series. New York: M. Decker, 1974. Cap. 1, 2 e 13.

MARTIN, A. N. **Physical pharmacy**. 4th ed. London: Lea & Febiger, 1993. 473 p.

MASKAN, M.; GOGUS, F. Effect of sugar on the rheological properties of sunflower oil–water emulsions. **Journal of Food Engineering**, Essex, v. 43, p. 173–177, 2000.

MATOS, V. C. **Gomas endospermicas de *delonix regia* e *schizolobium parahybae***. 2000. 113 p. Tese (Doutorado em Bioquímica) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2000.

MAUSETH, J. D. Anatomical Adaptations to Xeric Conditions in *Maihuenia* (Cactaceae), a Relictual, Leaf-Bearing Cactus. **Journal of Plant Research**, Tokyo, v. 112, n. 3, p. 307–315, set. 1999.

MCCLEMENTS, D. J. Critical review of techniques and methodologies for characterization of emulsion stability: critical reviews. *Food Science and Nutrition*, London, v. 47, p. 611–649, 2005.

MCCLEMENTS, D. J. **Food emulsions**: principles, practice and techniques. Boca Raton: CRC, 1999.

MERCE, A L. et al. Complexes of arabinogalactan of *Pereskia aculeata* and Co^{2+} , Cu^{2+} , Mn^{2+} , and Ni^{2+} . **Bioresource Technology**, New YORK, v. 76, n. 1, p. 29–37, Jan. 2001.

MIRHOSSEIN, H. et al. Modeling the relationship between the main emulsion components and stability, viscosity, fluid behavior, zeta potential, and electrophoretic mobility of orange beverage emulsion using response surface methodology. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 55, p. 7659-7666, 2007.

MOSCHAKIS, T.; MURRAY, B. S.; BILIADERIS, C. G. Modifications in stability and structure of whey protein-coated o/w emulsions by interacting chitosan and gum arabic mixed dispersions. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 24, n. 1, p. 8-17, Jan. 2010.

MYERS, D. **Surfaces, interfaces, and colloids: principles and applications**. 2nd ed. New York: J. Wiley & Sons, 1999.

ORDÓÑEZ, J. A. **Tecnologia de alimentos: componentes dos alimentos e processos**. São Paulo: Artmed, 2005. v. 1.

PARREIRA, G. G.; SOARES, J. M. **Métodos de estudo: citologia animal e vegetal**. Belo Horizonte: UFMG, 2009. v. 1, p. 23-38.

RAO, M. A.; ANATHESWARAN, R. C. Rheology of fluids in food processing. **Food Technology**, Chicago, v. 36, p. 116-126, 1982.

REVISTA GLOBO RURAL. 2010. Disponível em: <<http://revistagloborural.globo.com/Revista/Common/0,,EMI160017-18293,00-ORAPRONOBIS.html>>. Acesso em: 10 fev. 2015.

RODRIGUES, J. F.; PAULA, R. C. M.; COSTA, S. M. O. Métodos de isolamento de gomas naturais: comparação através da goma do cajueiro (*Anacardium occidentale*L.). **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, São Carlos, v. 3, n. 1, p. 31-36, 1993.

ROSELL, C. M.; ROJAS, J. A.; BARBER, C. B. Influence of hydrocolloids on dough rheology and bread quality. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v. 15, n. 15, p. 75–81, 2001.

SAHA, D.; BHATTACHARYA, S. Hydrocolloids as thickening and gelling agents in food: a critical review. **Journal of Food Science and Technology**, Mysore, v. 47, n. 6, p. 587–97, Dec. 2010.

SALAGER, J. L. **Tamaño de gotas de una emulsion**: fenómenos interfaciales – Mérida: Facultad de Ingeniería, Universidad de Los Ande, 1993. (Cuaderno FIRP, 235).

SANTOS, L. V. **Emulsificantes**: modo de ação e utilização nos alimentos. 2008. 39 p. Trabalho acadêmico (Bacharelado em Química de Alimentos) - Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2008.

SATO, A. C. K. **Reologia de suspensões-modelo**: efeito da concentração de sólidos e da matriz dispersante. 2009. 145 p. Tese (Doutorado em Biociências) – Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.

SCHMITT, C. et al. Study of beta-lactoglobulin/acacia gum complex coacervation by diffusing-wave spectroscopy and confocal scanning laser microscopy. **Colloids and surfaces. B, Biointerfaces**, Amsterdam, v. 20, n. 3, p. 267–280, Mar. 2001.

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

SCHWAB, A. W. et al. Diesel fuel from thermal decomposition of soybean oil. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, Chicago, v. 65, n. 11, p. 1781-1786, 1988.

SHARMA, S. K.; MULVANEY, S. J.; RIZVI, S. S. H. **Food processing engineering**: theory and laboratory experiments. Washington: Wiley-Interscience, 2000. 348 p.

SHAW, D. J. **Colloid and surface chemistry**. 4th ed. Oxford: Butterworth Heinemann, 2000. p. 263-269.

SHERMAN, P. **Rheology of emulsion**: emulsion Science. London: Academic, 1968. p. 271-351.

SIERAKOWSKI, M. R. **Alguns aspectos químicos, físico-químicos e estruturais da mucilagem extraída de folhas de Pereskia aculeata Miller**. 1982. 62 p. Tese (Mestrado em Bioquímica) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 1982.

SIERAKOWSKI, M. R. **Aspectos estruturais da mucilagem de Pereskia aculeata Miller (ora-pro-nobis)**. 1988. 56 p. Tese (Doutorado em Engenharia Bioquímica) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 1988.

SILVA, M. C. et al. **Teores de proteínas, e fibras de taioba, ora-pro-nobis, serralha e mostarda coletadas no município de Diamantina**. 2005. 86 p. Disponível em: <www.fevale.edu.br/seminario/cd/files/pdf/2907.pdf>. Acesso em: 9 set. 2013.

STEFFE, J. F. **Rheological methods in food process engineering**. Michigan: Freeman, 1996. 418 p.

TADROS, T. Application of rheology for assessment and prediction of the long-term physical stability of emulsions. **Advances in Colloid and Interface Science**, Amsterdam, v. 108, p. 227-258, 2004.

TEIXEIRA, G. L. **Estudo da estabilidade e comportamento reológico de emulsões de gordura de cupuaçu com diferentes tensoativos**. 2014. 70 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2014.

THANATCHA, R.; PRANEE, A. Extration and characterization of mucilage in *Ziziphus mauritiana* Lam. **International Food Research Journal**, Selangor, v. 18, p. 201-212, 2011.

UNIVERSIDADE FEDERAL DE LAVRAS. Biblioteca da UFLA. **Manual de normalização e estrutura de trabalhos acadêmicos: TCC, monografias, dissertações e teses**. Lavras. 2010. Disponível em: <<http://www.biblioteca.ufla.br/site/index.php>>. Acesso em: 26 jan. 2015.

VALEUR, B. **Molecular fluorescence: principles and applications**. New York: Wiley-VCH, 2002.

VAN AKEN, G. A.; VAN VLIET, T. Flow-induced coalescence in proteinstabilized highly concentrated emulsions : role of shear-resisting. **Langmuir : The ACS Journal of Surfaces and Colloids**, Washington, n. 1, p. 7364–7370, 2002.

VAN WAZER, J. R. et al. **Viscosity and flow measurement: a laboratory handbook of rheology**. 2nd ed. New York: Interscience, 1966. 406 p.

VASQUES, C. T. **Reologia do suco de goiaba: efeito da diluição e do tamanho de partícula**. 2003. 66 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2003.

VIDAL, J. R. M. B. **Comportamento reológico da polpa de manga (*Mangífera indica* L-Keitt)**. 2000. 159 p. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2000.

VILELA, L. et al. **Avaliação da composição bromatológica de Ora-Pro-Nóbis**. Lavras: Universidade Federal de Lavras, 2003. p. 1–4.

WALSTRA, P. **Physical chemistry of foods**. New York: M. Dekker, 2003.

WHISTLER, R. L. **The carbohydrates: chemistry and biochemistry**. London: Academic, 1970. p. 447-458.

WU, Y. et al. An investigation of four commercial galactomannans on their emulsion and rheological properties. **Food Research International**, Barking, v. 42, n. 8, p. 1141–1146, Oct. 2009.

ANEXOS

ANEXO A – Análise estatística da influencia do método de secagem no parâmetro K

TABELA DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
Secagem	1	2.843340	2.843340	11.425	0.0036
Concentração	5	9.932774	1.986555	7.982	0.0005
erro	17	4.230743	0.248867		
Total corrigido		23	17.006856		
CV (%) =		82.61			
Média geral:		0.6039033	Número de observações:	24	

TESTE TUKEY PARA A FV SECAGEM

Tratamentos	Médias	Resultados do teste
1	0.259705	a1
2	0.948102	a2

ANEXO B – Análise estatística da influencia do método de secagem no parâmetro n

TABELA DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
Secagem	1	0.035374	0.035374	8.154	0.0109
Concentração	5	0.184956	0.036991	8.526	0.0003
erro	17	0.073753	0.004338		
Total corrigido		23	0.294083		
CV (%) =		9.85			
Média geral:		0.6689250	Número de observações:	24	

TESTE TUKEY PARA A FV SECAGEM

Tratamentos	Médias	Resultados do teste
2	0.630533	a1
1	0.707317	a2

ANEXO C – Modelagem estatística para o parâmetro n

TABELA DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA

```

-----
-----
FV          GL          SQ          QM          Fc  Pr>Fc
-----
-----
Concentração  5          0.184956          0.036991          6.102  0.0018
erro          18          0.109127          0.006063
-----
-----
Total corrigido          23          0.294083
-----
-----
CV (%) =          11.64
Média geral:          0.6689250          Número de observações:          24

```

REGRESSÃO PARA A FV CONCENTRAÇÃO

```

-----
-----
Média harmonica do número de repetições (r): 4
Erro padrão de cada média dessa FV: 0.0389313712405133
-----
-----
b1 : X
b2 : X^2
b3 : Exp(X)
-----

```

Modelos reduzidos sequenciais

```

-----
-----
-----
-----
Parâmetro          Estimativa          SE          t para          Pr>|t|
-----
-----
b0          0.830880          0.03624313          22.925          0.0000
b1          -0.092546          0.01861276          -4.972          0.0001
-----

```

R² = 81.04%

```

-----
-----
Valores da variável
independente          Médias observadas          Médias estimadas
-----
0.500000          0.813675          0.784607
1.000000          0.691375          0.738334
1.500000          0.716525          0.692061
2.000000          0.603125          0.645789
2.500000          0.653950          0.599516
3.000000          0.534900          0.553243
-----

```

ANEXO D – Modelagem estatística para o parâmetro k

TABELA DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA

```

-----
-----
FV          GL          SQ          QM          Fc  Pr>Fc
-----
-----
Concentração 5          9.932774      1.986555      5.055 0.0046
erro         18          7.074083      0.393005
-----
-----
Total corrigido      23          17.006856
-----
-----
CV (%) =            103.81
Média geral:       0.6039033      Número de observações:      24
-----
-----
REGRESSÃO PARA A FV CONCENTRAÇÃO
-----
-----
Média harmonica do número de repetições (r): 4
Erro padrão de cada média dessa FV: 0.313450389496798
-----
-----
b1 : X
b2 : X^2
b3 : Exp(X)
-----
-----
Modelos reduzidos sequenciais
-----
-----
-----
-----
Parâmetro      Estimativa      SE          t para
H0: Par=0      Pr>|t|
-----
-----
b0              -0.573412      0.29180643      -1.965      0.0650
b1              0.672752      0.14985795      4.489      0.0003
-----
-----
R^2 = 79.74%
-----
-----

```

```
-----  
-----  
Valores da variável  
independente      Médias observadas      Médias estimadas  
-----  
-----  
0.500000          0.022993              -0.237036  
1.000000          0.133603              0.099340  
1.500000          0.130350              0.435715  
2.000000          0.692000              0.772091  
2.500000          0.747550              1.108467  
3.000000          1.896925              1.444843  
-----  
-----
```

Valores da variável independente	Médias observadas	Médias estimadas
0.500000	0.022993	-0.237036
1.000000	0.133603	0.099340
1.500000	0.130350	0.435715
2.000000	0.692000	0.772091
2.500000	0.747550	1.108467
3.000000	1.896925	1.444843

ANEXO E – Análise estatística para a viscosidade aparente a $100s^{-1}$

TABELA DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
Secagem	1	0.005022	0.005022	6.887	0.0469
Concentração	5	0.041065	0.008213	11.263	0.0094
erro	5	0.003646	0.000729		
Total corrigido	11	0.049733			
CV (%) = 32.08					
Média geral:		0.0841864	Número de observações:12		

TESTE TUKEY PARA A FV SECAGEM

Tratamentos	Médias	Resultados do teste
Estufa	0.063729	a1
Liofilizador	0.104644	a2

TESTE TUKEY PARA A FV CONCENTRAÇÃO

Tratamentos	Médias	Resultados do teste
0.5	0.010050	a1
1	0.030728	a1 a2
1.5	0.056362	a1 a2
2	0.101320	a1 a2 a3
2.5	0.125502	a2 a3
3	0.181158	a3

ANEXO F – Análise estatística tixotropia

TABELA DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
Secagem	1	992642.868984	992642.868984	15.389	0.0011
Concentração	5	2531504.308055	506300.861611	7.849	0.0005
erro	17	1096559.655434	64503.509143		
Total corrigido		23	4620706.832474		
CV (%) =		91.07			
Média geral:		278.8785417	Número de observações:		24

TESTE TUKEY PARA A FV SECAGEM

Tratamentos	Médias	Resultados do teste
1	75.506667	a1
2	482.250417	a2

TESTE TUKEY PARA A FV CONCENTRAÇÃO

Tratamentos	Médias	Resultados do teste
0.5	-68.483750	a1
1.5	-25.625000	a1
1	32.702500	a1
2	441.625000	a1 a2
2.5	470.352500	a1 a2
3	822.700000	a2

ANEXO G - Teste de média valores de tixotropia para emulsões preparadas usando hidrocoloides secos em estufa à vácuo

TABELA DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA

-----	GL	SQ	QM	Fc
FV				
Pr>Fc				

Concentração	5	220668.237767	44133.647553	179.184
0.0000				
erro	6	1477.818100	246.303017	

Total corrigido	11	222146.055867		

CV (%) =	20.78			
Média geral:	75.5066667	Número de observações:	12	

TESTE TUKEY PARA A FV CONCENTRAÇÃO

Tratamentos	Médias	Resultados do teste

1	-34.230000	a1
1.5	-17.810000	a1 a2
0.5	-11.975000	a1 a2
2.5	41.705000	a2
2	118.950000	a3
3	356.400000	a4

**ANEXO H – Teste de média valores de tixotropia para emulsões
preparadas usando hidrocoloides secos em liofilizador**

TABELA DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA

FV	GL	SQ	QM	Fc
Pr>Fc				
Concentração	5	3370304.391260	674060.878252	113.563
erro	6	35613.516363	5935.586060	
Total corrigido	11	3405917.907623		
CV (%) =	15.98			
Média geral:	482.2504167	Número de observações:	12	

TESTE TUKEY PARA A FV CONCENTRAÇÃO

Tratamentos	Médias	Resultados do teste
0.5	-124.992500	a1
1.5	-33.440000	a1
1	99.635000	a1
2	764.300000	a2
2.5	899.000000	a2
3	1289.000000	a3

ANEXO I – Análise estatística G' e G''

TABELA DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
Secagem	1	41.496602	41.496602	7.652	0.0395
concentração	5	25.726197	5.145239	0.949	0.5223
erro	5	27.113211	5.422642		
Total corrigido	11	94.336011			
CV (%) =		66.92			
Média geral:		3.4799167	Número de observações:		12

Teste Tukey para a FV Secagem

Tratamentos	Médias	Resultados do teste
1	1.620333	a1
2	5.339500	a2

Variável analisada: G'' 1

Opção de transformação: Variável sem transformação (Y)

TABELA DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
Secagem	1	27.530581	27.530581	6.222	0.0549
concentração	5	38.379232	7.675846	1.735	0.2801
erro	5	22.121879	4.424376		
Total corrigido	11	88.031692			
CV (%) =		85.60			
Média geral:		2.4571667	Número de observações:		12

Variável analisada: G' 10

Opção de transformação: Variável sem transformação (Y)

TABELA DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
Secagem	1	267.614630	267.614630	0.119	0.7446
concentração	5	12813.148985	2562.629797	1.135	0.4463
erro	5	11286.435375	2257.287075		
Total corrigido	11	24367.198990			
CV (%) =		19.10			
Média geral:		248.8022500	Número de observações:		12

Variável analisada: G'' 10

Opção de transformação: Variável sem transformação (Y)

TABELA DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
Secagem	1	314.941548	314.941548	0.435	0.5388
concentração	5	7886.858715	1577.371743	2.177	0.2066
erro	5	3622.072300	724.414460		
Total corrigido	11	11823.872563			
CV (%) =		48.24			
Média geral:		55.7993333	Número de observações:	12	

ANEXO J – Análise de Variância para capacidade de formar emulsões

TABELA DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
Secagem	1	3.904267	3.904267	0.576	0.4624
Concentração	5	82.565933	16.513187	2.438	0.0956
Secagem*Conc	5	34.171783	6.834357	1.009	0.4536
erro	12	81.275000	6.772917		
Total corrigido	23	201.916983			
CV (%) =		2.63			
Média geral:	99.1141667		Número de observações:	24	

TESTE TUKEY PARA A FV SECAGEM

Tratamentos	Médias	Resultados do teste
1	98.710833	a1
2	99.517500	a1

ANEXO K – Análise de Variância para estabilidade da emulsão formada

TABELA DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA

FV	GL	SQ	QM	Fc	Pr>Fc
Secagem	1	46.481667	46.481667	1.518	0.2415
Concentração	5	2679.895000	535.979000	17.509	0.0000
Secagem*Conc	5	472.188333	94.437667	3.085	0.0510
erro	12	367.340000	30.611667		
Total corrigido	23	3565.905000			
CV (%) =		12.52			
Média geral:		44.175000	Número de observações:		24

REGRESSÃO PARA A FV CONCENTRAÇÃO

Média harmonica do número de repetições (r): 4
 Erro padrão de cada média dessa FV: 2.76639054847046

b1 : X
 b2 : X²
 b3 : X³

Modelos reduzidos sequenciais

Parâmetro	Estimativa	SE	t para H0: Par=0	Pr> t
b0	14.452500	4.94866985	2.920	0.0128
b1	27.395893	6.47511008	4.231	0.0012
b2	-4.805357	1.81102773	-2.653	0.0210

R² = 81.10%

Valores da variável

independente	Médias observadas	Médias estimadas
0.500000	27.525000	26.949107
1.000000	36.650000	37.043036
1.500000	40.825000	44.734286
2.000000	58.350000	50.022857
2.500000	46.675000	52.908750
3.000000	55.025000	53.391964

ANEXO L – Análise estatística do diâmetro médio das gotículas

TABELA DE ANÁLISE DE VARIÂNCIA

FV Pr>Fc	GL	SQ	QM	Fc
Secagem 0.0155	1	39.458133	39.458133	12.995
Concentração 0.0000	5	5436.665467	1087.333093	358.112
erro	5	15.181467	3.036293	
Total corrigido	11	5491.305067		
CV (%) =	4.92			
Média geral:	35.4033333	Número de observações:	12	

TESTE TUKEY PARA A FV SECAGEM

Tratamentos	Médias	Resultados do teste
L	33.590000	a1
E	37.216667	a2