

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA AGRÍCOLA



**OBTENÇÃO DE EXTRATO DE INULINA DE CHICÓRIA
(*CICHORIUM INTYBUS*) POR ABAIXAMENTO DE
TEMPERATURA E SECAGEM POR *SPRAY DRYER***

JULIANA TÓFANO DE CAMPOS LEITE
ENGENHEIRA AGRÍCOLA

PROF. DR. KIL JIN PARK
ORIENTADOR

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia Agrícola da Universidade Estadual de Campinas em cumprimento parcial aos requisitos para a obtenção do Título de Mestre em Engenharia Agrícola, na área de concentração em Tecnologia Pós-colheita.

CAMPINAS, NOVEMBRO DE 2001.

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA - BAE - UNICAMP

L536o Leite, Juliana Tófano de Campos
Obtenção de extrato de inulina de chicória (*Cichorium
intybus*) por abaixamento de temperatura e secagem por spray
dryer / Juliana Tófano de Campos Leite.--Campinas, SP: [s.n.],
2001.

Orientador: Kil Jin Park.

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de
Campinas, Faculdade de Engenharia Agrícola.

1. Atomização. 2. Microencapsulação. 3. Reologia. 4.
Resfriamento. I. Park, Kil Jin. II. Universidade Estadual de
Campinas. Faculdade de Engenharia Agrícola. III. Título.

"Entre a ilusão que foi e a ilusão que virá está aquela que vivemos hoje. Ela marcha numa aresta transitória. Onde termina e onde começa? Onde se distancia e onde se aproxima para se confundir com a realidade? A verdade dorme em lugar mais fundo que água no deserto. Onde é realidade o que vejo e o que vivo e até onde tudo isso é ilusão? Não sei!

Aquele que possui um coração que aspira, ao pintar a casa, vê espaços mais acima, reclamando novas tintas para enriquecer o teto.

Impossível saber se as mãos alcançarão mais esse espaço...

Mas o coração, Santo Deus! - esse está repleto de sonhos, de carinho, de amor, de esperança, de crença e ansiedade; de aspiração que empurra, força, faz!

Até onde sonho? Até onde caminho no real?

O esteio da minha realidade é o objetivo colocado bem alto e, a cada passo dado em direção a ele, fico certa de que não sonhei nem lutei em vão".

Maria Helena Tófano de Campos Leite

Nenhuma árvore crescerá e dará frutos se não for plantada uma semente. E é preciso que essa semente tenha solo fértil onde se apoiar e buscar os meios necessários para seu desenvolvimento. E para que ela germine, cresça, floresça, dê frutos, é preciso que haja água, é preciso que haja luz, mas, acima de tudo, é preciso que haja amor. Sem os cuidados dos semeadores e sem a força de Deus, não haverá árvore que floresça nem frutos a serem colhidos.

Dedico o meu trabalho e agradeço a todos vocês que colaboraram para que a semente que foi plantada se desenvolvesse. A vocês que ofereceram um solo fértil e resistente em que ela pudesse se apoiar. A vocês que ofereceram sua ajuda e que deram subsídios para que ela se desenvolvesse. E, além de tudo isso, a vocês que ofereceram seu carinho e seu amor para que pudéssemos colher os frutos desse trabalho.

Aos meus pais, Rubens e Maria Helena, que abriram mão de seus sonhos para que os nossos sonhos se realizassem. Obrigada por todo amor, carinho, dedicação e confiança. A vocês, meu eterno amor, admiração, respeito e gratidão.

Às minhas irmãs, Flávia e Isabela, pela cumplicidade, pela eterna amizade e, é claro, pelas brigas. A vocês, meu amor, minha amizade e minha lealdade.

Ao Paulo, por todo o seu apoio, por todo amor, pelo companheirismo e pela infinita paciência. A você, todo meu amor e respeito.

Ao meu avô, Wilson Brandão Toffano, com quem tão pouco convivi, mas com quem tanto aprendi. Meu eterno respeito e admiração.

À minha avó, Dona Juju, pelo carinho e pelo prazer da convivência nesses últimos anos.

Ao Professor Kil. Um verdadeiro Professor: com "P" maiúsculo. Mais do que "P" de Professor... "P" de "Pesquisador", "P" de "Pai", "P" de "Protetor". Obrigada pelo muito que aprendi com você em tão pouco tempo. Obrigada pela orientação e pelas boas risadas.

À minha equipe de trabalho: Brod, João, Regina e Estela. Sem vocês, a realização desse trabalho não seria possível. Obrigada pela ajuda incondicional, pelo carinho e pela paciência. Obrigada pelo muito que pude aprender com vocês. Obrigada por terem sido mais do que uma equipe de trabalho, mas uma verdadeira família para mim.

Aos meus fiéis amigos: Graciela, Ricardo, Roger, Renato e Halissom pela amizade incondicional.

Ao Marcelo Carneiro pela sua infinita disposição em ajudar. Sua contribuição foi fundamental.

Aos membros da banca examinadora, Profa Dra. Fernanda Elizabeth Xidieh Murr e Profa. Dra Hilary Castle de Menezes pela contribuição para o aperfeiçoamento desse trabalho.

Ao Prof. Dr. Inácio Maria Dal Fabbro pela contribuição na banca de qualificação e pela amizade.

À Faculdade de Engenharia Agrícola/UNICAMP pelo apoio e pelo conhecimento.

Às agências de fomento, CAPES, CNPq e FAPESP, e à Faculdade de Engenharia Agrícola, por financiarem e apoiarem esse trabalho.

Aos professores da FEAGRI/UNICAMP e de outras unidades pelo conhecimento e pela amizade.

Aos funcionários do Laboratório de Tecnologia Pós-colheita da FEAGRI - Rosália Rosa Helena e Chico - pela ajuda, pela amizade e por terem contribuído com sua experiência.

Aos funcionários do Campo Experimental da FEAGRI que tanto contribuíram em uma das fases mais exaustivas desse trabalho. Obrigada pelo carinho, pela atenção e pelos sorrisos.

Ao Gelson e ao Túlio pela paciência e pela colaboração. Se vocês não tivessem disponibilizado a água, a semente não germinaria.

Ao Gilberto pelas viagens e pela presteza.

Ao CPQBA/UNICAMP pelo apoio em diversas fases do trabalho. Em especial, à agrônoma Glyn Mara Figueira, pelo apoio fundamental na fase inicial do trabalho, e ao químico Adilson Sartoratto, pela paciência na realização das análises de cromatografia.

À Faculdade de Engenharia de Alimentos/UNICAMP por ter disponibilizado suas instalações e equipamentos necessários para realização desse trabalho. Em especial, ao Adauto e ao Carlão, pela enorme disposição em ajudar. A todos os professores e funcionários que colaboraram, de forma direta ou indireta, para a realização desse trabalho.

Ao Prof. Dr. Nelson Horácio Pezoa Garcia pela contribuição com meu aprendizado.

À EMBRAPA/JAGUARIÚNA por ter permitido o uso do spray dryer. Em especial à pesquisadora Cláudia Conti Medugno e à Carla, por toda ajuda e paciência.

À CIA CAMPONESA DE RAÇÕES por ter realizado as análises de composição centesimal desse trabalho. Em especial ao Alexandre e demais funcionários que se dispuseram a contribuir.

Ao Departamento de Engenharia de Petróleo da Faculdade de Engenharia Mecânica/UNICAMP por ter disponibilizado o seu laboratório para determinação das análises reológicas. Em especial ao Pompeu por ter colaborado com seu conhecimento e experiência.

A todos que, de alguma forma, contribuíram para a realização desse trabalho.

A Deus, por estar sempre presente em minha vida, guiando meus passos e iluminando meu caminho.

SUMÁRIO

LISTA DE QUADROS.....	xi
LISTA DE FIGURAS.....	xiii
NOMENCLATURA	xviii
RESUMO.....	xx
ABSTRACT	xxii
I INTRODUÇÃO.....	1
II OBJETIVOS ESPECÍFICOS	3
III REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	4
3.1 CHICÓRIA (<i>CICHORIUM INTYBUS</i>) E SUAS APLICAÇÕES	4
3.2 INULINA	6
3.2.1 Estrutura química	6
3.2.2 Considerações nutricionais	7
3.2.3 Solubilidade da inulina.....	9
3.2.4 Exploração comercial.....	10
3.2.5 Processos de obtenção de inulina.....	10
3.2.6 Aplicações.....	14
3.2.7 Mercado.....	17
3.3 CONCENTRAÇÃO POR CONGELAMENTO.....	19
3.4 REOLOGIA	20
3.4.1 Importância e definições.....	20
3.4.2 Estudos reológicos.....	20
3.4.2.1 Fluidos newtonianos	20
3.4.2.2 Fluidos não-newtonianos.....	21
3.4.3 Classificação geral do comportamento reológico	21
3.4.3.1 Fluidos não-newtonianos com comportamento reológico independente do tempo.....	22
3.4.3.2 Fluidos não-newtonianos com comportamento reológico dependente do tempo.....	24
3.4.4 Modelos reológicos.....	25
3.4.5 Reologia em sistemas de alimentos.....	26
3.5 SECAGEM EM <i>SPRAY DRYER</i>	27
3.5.1 Parâmetros que influenciam o processo.....	29
3.6 MICROENCAPSULAÇÃO POR <i>SPRAY DRYING</i>	32
3.7 MATERIAL DE PAREDE.....	35

IV	MATERIAL E MÉTODOS.....	39
4.1	OBTENÇÃO DO EXTRATO LÍQUIDO	39
4.1.1	<i>Plantio.....</i>	39
4.1.2	<i>Tratos culturais.....</i>	40
4.1.3	<i>Colheita.....</i>	41
4.1.4	<i>Lavagem das raízes.....</i>	43
4.1.5	<i>Fatiamento e moagem.....</i>	44
4.1.6	<i>Extração.....</i>	44
4.1.7	<i>Filtragem</i>	45
4.1.8	<i>Concentração.....</i>	46
4.1.9	<i>Homogeneização.....</i>	47
4.2	OBTENÇÃO DAS FASES SOBRENADANTE E PRECIPITADA	47
4.2.1	<i>Resfriamento/Congelamento.....</i>	47
4.2.2	<i>Separação de fases.....</i>	47
4.3	PROCESSO DE OBTENÇÃO DAS DIFERENTES FASES DO EXTRATO LÍQUIDO DE INULINA	48
4.4	FORMULAÇÃO COM MATERIAL DE PAREDE	49
4.5	OBTENÇÃO DO EXTRATO DE RAIZ DE CHICÓRIA EM PÓ	50
4.6	ANÁLISE REOLÓGICA	51
4.6.1	<i>Determinação dos reogramas.....</i>	51
4.6.2	<i>Teste de dependência do tempo</i>	52
4.6.3	<i>Modelagem matemática.....</i>	52
4.7	TEOR DE SÓLIDOS	53
4.7.1	<i>Sólidos solúveis.....</i>	53
4.7.2	<i>Sólidos totais.....</i>	53
4.8	COMPOSIÇÃO CENTESIMAL.....	53
4.8.1	<i>Matéria mineral.....</i>	54
4.8.2	<i>Proteína, fibra detergente neutra, fibra bruta e extrato etéreo:</i>	54
4.8.3	<i>Carboidratos.....</i>	54
4.9	DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE.....	55
4.10	ANÁLISE DA CONCENTRAÇÃO DE INULINA	55
V	RESULTADOS E DISCUSSÃO	56
5.1	CARACTERIZAÇÃO DA RAIZ.....	56
5.2	CONDIÇÕES DO PROCESSO DE EXTRAÇÃO	56
5.2.1	<i>Colheita, fatiamento e moagem</i>	56
5.2.2	<i>Extração.....</i>	56
5.2.3	<i>Concentração.....</i>	57
5.3	SEPARAÇÃO DE FASES	58
5.4	CARACTERIZAÇÃO DO EXTRATO LÍQUIDO DE INULINA	59

5.4.1	<i>Determinação da densidade</i>	59
5.4.2	<i>Determinação dos sólidos</i>	62
5.4.2.1	Sólidos solúveis	62
5.4.2.2	Sólidos totais	62
5.4.3	<i>Análises de composição centesimal</i>	63
5.4.4	<i>Teor de inulina</i>	65
5.4.5	<i>Análise reológica</i>	66
5.4.5.1	Reogramas	66
5.4.5.2	Teste de dependência com o tempo	79
5.4.5.3	Modelagem matemática	82
5.5	SECAGEM EM SPRAY	101
5.5.1	<i>Condições de processo</i>	101
5.5.2	<i>Rendimento de secagem</i>	103
5.6	CARACTERIZAÇÃO DO EXTRATO DE INULINA EM PÓ	105
5.6.1	<i>Sólidos Totais</i>	105
5.6.2	<i>Composição centesimal</i>	105
5.6.3	<i>Rendimento de inulina em pó</i>	106
VI	CONCLUSÃO	108
VII	SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS	110
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	112
	APÊNDICES	1

LISTA DE QUADROS

QUADRO 1 – NÍVEIS DE INULINA EM VEGETAIS CONSUMIDOS NA DIETA HUMANA	7
QUADRO 2 – RELAÇÃO ENTRE PADRÃO DE TAMANHO DE GOTÍCULAS E VARIÁVEIS DE OPERAÇÃO (ATOMIZADORES CENTRÍFUGOS).....	31
QUADRO 3 – RELAÇÃO ENTRE DIÂMETRO (D_p) (PADRÃO DE TAMANHO), VARIÁVEIS DE OPERAÇÃO E PROPRIEDADES DO AR (ATOMIZADORES DE BICO DE DOIS FLUÍDOS)	32
QUADRO 4 – PRINCIPAIS AGENTES ENCAPSULANTES USADOS PARA ALIMENTOS	37
QUADRO 5 – CARACTERÍSTICAS DA RAIZ DE CHICÓRIA	56
QUADRO 6 – DADOS DE COLHEITA	56
QUADRO 7 – QUANTIDADE DE ÁGUA E RAIZ, QUANTIDADE DE EXTRATO E DE DESCARTE OBTIDOS APÓS A FILTRAGEM E CONCENTRAÇÃO DE SÓLIDOS SOLÚVEIS, CORRESPONDENTES A CADA UMA DAS PARTES DA EXTRAÇÃO.	57
QUADRO 8 – CONDIÇÕES MÉDIAS DE PROCESSO PARA A ETAPA DE CONCENTRAÇÃO	57
QUADRO 9 – PERCENTUAL DE PRECIPITADO E SOBRENADANTE PARA CADA UMA DAS TEMPERATURAS DE RESFRIAMENTO/CONGELAMENTO DO EXTRATO PURO.....	58
QUADRO 10 – DENSIDADE MÉDIA E RESPECTIVOS DESVIOS, DETERMINADA A DIFERENTES TEMPERATURAS, PARA AS DIFERENTES CONDIÇÕES DE OBTENÇÃO DA FASE SOBRENADANTE ($G.ML^{-1}$).....	59
QUADRO 11 – DENSIDADE MÉDIA E RESPECTIVOS DESVIOS, DETERMINADA A DIFERENTES TEMPERATURAS, PARA AS DIFERENTES CONDIÇÕES DE OBTENÇÃO DA FASE PRECIPITADA ($G.ML^{-1}$).....	60
QUADRO 12 – DENSIDADE MÉDIA E RESPECTIVOS DESVIOS, DETERMINADA A DIFERENTES TEMPERATURAS, PARA AS DIFERENTES CONDIÇÕES DE OBTENÇÃO DA FASE PRECIPITADA FORMULADA ($G.ML^{-1}$).....	60
QUADRO 13 – VALORES DE SÓLIDOS SOLÚVEIS, CORRIGIDOS À TEMPERATURA DE 20°C.	62
QUADRO 14 – UMIDADE DA RAIZ DE CHICÓRIA E DE DIFERENTES CONDIÇÕES DO EXTRATO LÍQUIDO DE INULINA	63
QUADRO 15 – DETERMINAÇÃO DO TEOR DE PROTEÍNA, DE CINZAS E DE EXTRATO ETÉREO DAS RAÍZES DE CHICÓRIA E DAS DIFERENTES CONDIÇÕES DO EXTRATO LÍQUIDO.....	64
QUADRO 16 – COMPOSIÇÃO MÉDIA DA RAIZ DE CHICÓRIA E DAS DIFERENTES CONDIÇÕES DO EXTRATO LÍQUIDO DE INULINA.....	64
QUADRO 17 – TEOR DE INULINA (%) PARA DIFERENTES CONDIÇÕES DE EXTRATO LÍQUIDO DE RAÍZES DE CHICÓRIA.....	65
QUADRO 18 – COEFICIENTES TEÓRICOS CORRESPONDENTES AOS MODELOS MATEMÁTICOS UTILIZADOS NA DETERMINAÇÃO DO COMPORTAMENTO REOLÓGICO A TRÊS DIFERENTES TEMPERATURAS DA FASE PRECIPITADA OBTIDA A DIFERENTES TEMPERATURAS DE RESFRIAMENTO.	86
QUADRO 19 – ERRO RELATIVO MÉDIO CORRESPONDENTE A CADA MODELO MATEMÁTICO UTILIZADO NA DETERMINAÇÃO DO COMPORTAMENTO REOLÓGICO A TRÊS DIFERENTES TEMPERATURAS DA FASE PRECIPITADA OBTIDA A DIFERENTES TEMPERATURAS DE RESFRIAMENTO.	86

QUADRO 20 – COEFICIENTES TEÓRICOS CORRESPONDENTES AOS MODELOS MATEMÁTICOS UTILIZADOS NA DETERMINAÇÃO DO COMPORTAMENTO REOLÓGICO A TRÊS DIFERENTES TEMPERATURAS DA FASE SOBRENADANTE OBTIDA A DIFERENTES TEMPERATURAS DE RESFRIAMENTO.	92
QUADRO 21 – ERRO RELATIVO MÉDIO CORRESPONDENTE A CADA MODELO MATEMÁTICO UTILIZADO NA DETERMINAÇÃO DO COMPORTAMENTO REOLÓGICO A TRÊS DIFERENTES TEMPERATURAS DA FASE SOBRENADANTE OBTIDA A DIFERENTES TEMPERATURAS DE RESFRIAMENTO.....	93
QUADRO 22 – COEFICIENTES TEÓRICOS CORRESPONDENTES AOS MODELOS MATEMÁTICOS UTILIZADOS NA DETERMINAÇÃO DO COMPORTAMENTO REOLÓGICO A TRÊS DIFERENTES TEMPERATURAS DA FASE PRECIPITADA FORMULADA OBTIDA A DIFERENTES TEMPERATURAS DE RESFRIAMENTO.	98
QUADRO 23 – ERRO RELATIVO MÉDIO CORRESPONDENTE A CADA MODELO MATEMÁTICO UTILIZADO NA DETERMINAÇÃO DO COMPORTAMENTO REOLÓGICO A TRÊS DIFERENTES TEMPERATURAS DA FASE PRECIPITADA FORMULADA COM, OBTIDA A DIFERENTES TEMPERATURAS DE RESFRIAMENTO	99
QUADRO 24 – CONDIÇÕES DE PROCESSO PARA A SECAGEM EM <i>SPRAY DRYER</i>	101
QUADRO 25 – EXTRATO EM PÓ E RESÍDUOS OBTIDOS APÓS A SECAGEM EM <i>SPRAY DRYER</i> DO EXTRATO LÍQUIDO DE INULINA DE RAÍZES DE CHICÓRIA	103
QUADRO 26 – UMIDADE E SÓLIDOS TOTAIS DO EXTRATO UTILIZADO NA ALIMENTAÇÃO DO <i>SPRAY</i> E DO PÓ CORRESPONDENTE.....	104
QUADRO 27 – ESTIMATIVA DO RENDIMENTO DE SECAGEM	104
QUADRO 28 – DETERMINAÇÃO DO TEOR DE PROTEÍNA BRUTA, MATÉRIA MINERAL (CINZAS), FIBRA DETERGENTE NEUTRA, FIBRA BRUTA E DE EXTRATO ETÉREO DO EXTRATO DE INULINA EM PÓ OBTIDO POR SECAGEM EM <i>SPRAY DRYER</i> . (VALORES EM % BASE SECA)	105
QUADRO 29 – COMPOSIÇÃO MÉDIA DO EXTRATO DE INULINA EM PÓ OBTIDO PARA AS DIFERENTES CONDIÇÕES DE SECAGEM EM <i>SPRAY DRYER</i>	106
QUADRO 30 – RENDIMENTO DE INULINA EM PÓ, APÓS A SECAGEM POR <i>SPRAY DRYER</i>	106

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 – FLORES DE CHICÓRIA (<i>CICHORIUM INTYBUS</i> L.)	4
FIGURA 2 – ESTRUTURA QUÍMICA DA INULINA.....	6
FIGURA 3 – PROCESSAMENTO BÁSICO DE TUBÉRCULOS DE ALCACHOFRA DE JERUSALÉM PARA A OBTENÇÃO DE INULINA NAS FORMAS DE FARINHA INTEGRAL E FARINHA INTEGRAL RICA EM FRUTOSE.....	11
FIGURA 4 – PRODUÇÃO DE RAFTILINE E RAFTIOSE A PARTIR DE RAÍZES DE CHICÓRIA	12
FIGURA 5 – PROCESSO DE OBTENÇÃO DE INULINA EM PÓ	13
FIGURA 6 – CLASSIFICAÇÃO DO COMPORTAMENTO REOLÓGICO	22
FIGURA 7 – REOGRAMAS TÍPICOS DE VÁRIOS TIPOS DE FLUIDOS COM COMPORTAMENTO REOLÓGICO INDEPENDENTE DO TEMPO	23
FIGURA 8 – REOGRAMAS TÍPICOS DE VÁRIOS TIPOS DE FLUIDOS COM COMPORTAMENTO REOLÓGICO DEPENDENTE DO TEMPO	24
FIGURA 9 – ESQUEMA DE FUNCIONAMENTO DO <i>SPRAY DRYER</i>	28
FIGURA 10 – PLANTIO DAS RAÍZES DE CHICÓRIA NO CAMPO EXPERIMENTAL DA FACULDADE DE ENGENHARIA AGRÍCOLA (FEAGRI)/UNICAMP.....	39
FIGURA 11 – VISÃO GERAL DA CULTURA DE CHICÓRIA; 14 DIAS APÓS O PLANTIO	40
FIGURA 12 – SISTEMA DE IRRIGAÇÃO IMPLANTADO PARA A CULTURA DE CHICÓRIA NO CAMPO EXPERIMENTAL DA FEAGRI/UNICAMP	41
FIGURA 13 – VISÃO GERAL DA CULTURA DE CHICÓRIA NO CAMPO EXPERIMENTAL DA FEAGRI/UNICAMP EM 02/10/2000.....	42
FIGURA 14 – RAÍZES DE CHICÓRIA NO INSTANTE IMEDIATAMENTE ANTERIOR À LAVAGEM	42
FIGURA 15 – LAVAGEM DAS RAÍZES DE CHICÓRIA COM JATO D'ÁGUA PRESSURIZADO.....	43
FIGURA 16 – RAIZ DE CHICÓRIA APÓS LAVAGEM COM JATO D'ÁGUA PRESSURIZADO.....	43
FIGURA 17 – MOAGEM DAS RAÍZES DE CHICÓRIA.....	44
FIGURA 18 – TACHO ENCAMISADO A VAPOR, NA FEA/UNICAMP.....	45
FIGURA 19 – EVAPORADOR UTILIZADO PARA CONCENTRAÇÃO DO EXTRATO LÍQUIDO.....	46
FIGURA 20 – FASES SOBRENADANTE E PRECIPITADA CORRESPONDENTES AO EXTRATO LÍQUIDO CONGELADO À TEMPERATURA DE -15°C	48
FIGURA 21 – PROCESSOS PARA OBTENÇÃO DO EXTRATO E SEPARAÇÃO DE FASES.....	49
FIGURA 22 - <i>SPRAY DRYER</i> LABORATORIAL BUCHI.....	50
FIGURA 23 – PERCENTUAL DE PRECIPITADO E SOBRENADANTE PARA CADA UMA DAS TEMPERATURAS DE RESFRIAMENTO/CONGELAMENTO DA AMOSTRA	58

FIGURA 24 – VARIAÇÃO DA DENSIDADE COM A TEMPERATURA PARA AS FASES SOBRENADANTE, PRECIPITADA PURA E PRECIPITADA FORMULADA COMPARATIVAMENTE COM A ÁGUA	61
FIGURA 25 – REOGRAMA CORRESPONDENTE À AMOSTRA PT1	66
FIGURA 26 – REOGRAMA CORRESPONDENTE À AMOSTRA PT2	67
FIGURA 27 – REOGRAMA CORRESPONDENTE À AMOSTRA PT3	67
FIGURA 28 – GRÁFICO COMPARATIVO DOS REOGRAMAS DAS AMOSTRAS PT1, PT2 E PT3	68
FIGURA 29 – REOGRAMA DA AMOSTRA ST1	69
FIGURA 30 – REOGRAMA DA AMOSTRA ST2	70
FIGURA 31 – REOGRAMA DA AMOSTRA ST3	70
FIGURA 32 – GRÁFICO COMPARATIVO DOS REOGRAMAS DAS AMOSTRAS ST1, ST2 E ST3	71
FIGURA 33 – GRÁFICO COMPARATIVO ENTRE OS REOGRAMAS DAS FASES PT1 E ST1	72
FIGURA 34 – GRÁFICO COMPARATIVO ENTRE OS REOGRAMAS DAS FASES PT2 E ST2	73
FIGURA 35 – GRÁFICO COMPARATIVO ENTRE OS REOGRAMAS DAS FASES PT3 E ST3	73
FIGURA 36 – REOGRAMA DA AMOSTRA MPT1	75
FIGURA 37 – REOGRAMA DA AMOSTRA MPT2	75
FIGURA 38 – REOGRAMA DA AMOSTRA MPT3	76
FIGURA 39 – GRÁFICO COMPARATIVO ENTRE OS REOGRAMAS DAS FASES MPT1 E PT1	77
FIGURA 40 – GRÁFICO COMPARATIVO ENTRE OS REOGRAMAS DAS FASES MPT2 E PT2	77
FIGURA 41 – GRÁFICO COMPARATIVO ENTRE OS REOGRAMAS DAS FASES MPT3 E PT3	78
FIGURA 42 – TESTE DE DEPENDÊNCIA COM O TEMPO PARA A AMOSTRA ST1 A 25°C, EM DUAS REPETIÇÕES	80
FIGURA 43 – TESTE DE DEPENDÊNCIA COM O TEMPO PARA A AMOSTRA PT3 A 25°C, A DUAS TAXAS DE DEFORMAÇÃO DISTINTAS.	81
FIGURA 44 – REOGRAMA À TEMPERATURA DE 25°C PARA A FASE PRECIPITADA CORRESPONDENTE À T1, UTILIZANDO O MODELO MATEMÁTICO DA LEI DA POTÊNCIA (IDA)	82
FIGURA 45 – REOGRAMA À TEMPERATURA DE 25°C PARA A FASE PRECIPITADA CORRESPONDENTE À T1, UTILIZANDO O MODELO MATEMÁTICO DE HERSCHEL-BULKLEY (IDA)	83
FIGURA 46 – REOGRAMA À TEMPERATURA DE 25°C PARA A FASE PRECIPITADA CORRESPONDENTE À T1, UTILIZANDO O MODELO MATEMÁTICO DE CASSON (IDA)	83
FIGURA 47 – REOGRAMA À TEMPERATURA DE 25°C PARA A FASE PRECIPITADA CORRESPONDENTE À T1, UTILIZANDO O MODELO MATEMÁTICO DA LEI DA POTÊNCIA (VOLTA)	84
FIGURA 48 – REOGRAMA À TEMPERATURA DE 25°C PARA A FASE PRECIPITADA CORRESPONDENTE À T1, UTILIZANDO O MODELO MATEMÁTICO DE HERSCHEL-BULKLEY (VOLTA)	84

FIGURA 49 – REOGRAMA À TEMPERATURA DE 25°C PARA A FASE PRECIPITADA CORRESPONDENTE À T1, UTILIZANDO O MODELO MATEMÁTICO DE CASSON (VOLTA)	85
FIGURA 50 – VARIAÇÃO DO ÍNDICE DE COMPORTAMENTO EM RELAÇÃO À UNIDADE PARA AS DIFERENTES CONDIÇÕES DE ANÁLISE DA FASE PRECIPITADA	87
FIGURA 51 – REOGRAMA À TEMPERATURA DE 40°C PARA A FASE SOBRENADANTE CORRESPONDENTE À T3, UTILIZANDO O MODELO MATEMÁTICO DA LEI DA POTÊNCIA (IDA)	89
FIGURA 52 – REOGRAMA À TEMPERATURA DE 40°C PARA A FASE SOBRENADANTE CORRESPONDENTE À T3, UTILIZANDO O MODELO MATEMÁTICO DE HERSCHEL-BULKLEY (IDA)	89
FIGURA 53 – REOGRAMA À TEMPERATURA DE 40°C PARA A FASE SOBRENADANTE CORRESPONDENTE À T3, UTILIZANDO O MODELO MATEMÁTICO DE CASSON (IDA)	90
FIGURA 54 – REOGRAMA À TEMPERATURA DE 40°C PARA A FASE SOBRENADANTE CORRESPONDENTE À T3, UTILIZANDO O MODELO MATEMÁTICO DA LEI DA POTÊNCIA (VOLTA)	90
FIGURA 55 – REOGRAMA À TEMPERATURA DE 40°C PARA A FASE SOBRENADANTE CORRESPONDENTE À T3, UTILIZANDO O MODELO MATEMÁTICO DE HERSCHEL-BULKLEY (VOLTA)	91
FIGURA 56 – REOGRAMA À TEMPERATURA DE 40°C PARA A FASE SOBRENADANTE CORRESPONDENTE À T3, UTILIZANDO O MODELO MATEMÁTICO DE CASSON (VOLTA)	91
FIGURA 57 – VARIAÇÃO DO ÍNDICE DE COMPORTAMENTO EM RELAÇÃO À UNIDADE PARA AS DIFERENTES CONDIÇÕES DE ANÁLISE DA FASE SOBRENADANTE	94
FIGURA 58 – REOGRAMA À TEMPERATURA DE 50°C PARA A FASE PRECIPITADA FORMULADA CORRESPONDENTE À T3, UTILIZANDO O MODELO MATEMÁTICO DA LEI DA POTÊNCIA (IDA)	95
FIGURA 59 – REOGRAMA À TEMPERATURA DE 50°C PARA A FASE PRECIPITADA FORMULADA CORRESPONDENTE À T3, UTILIZANDO O MODELO MATEMÁTICO DE HERSCHEL-BULKLEY (IDA)	95
FIGURA 60 – REOGRAMA À TEMPERATURA DE 50°C PARA A FASE PRECIPITADA FORMULADA CORRESPONDENTE À T3, UTILIZANDO O MODELO MATEMÁTICO DE CASSON (IDA)	96
FIGURA 61 – REOGRAMA À TEMPERATURA DE 50°C PARA A FASE PRECIPITADA FORMULADA CORRESPONDENTE À T3, UTILIZANDO O MODELO MATEMÁTICO DA LEI DA POTÊNCIA (VOLTA)	96
FIGURA 62 – REOGRAMA À TEMPERATURA DE 50°C PARA A FASE PRECIPITADA FORMULADA CORRESPONDENTE À T3, UTILIZANDO O MODELO MATEMÁTICO DE HERSCHEL-BULKLEY (VOLTA)	97
FIGURA 63 – REOGRAMA À TEMPERATURA DE 50°C PARA A FASE PRECIPITADA FORMULADA CORRESPONDENTE À T3, UTILIZANDO O MODELO MATEMÁTICO DE CASSON (VOLTA)	97
FIGURA 64 – VARIAÇÃO DO ÍNDICE DE COMPORTAMENTO EM RELAÇÃO À UNIDADE PARA AS DIFERENTES CONDIÇÕES DE ANÁLISE DA FASE PRECIPITADA FORMULADA	100

FIGURAS DO APÊNDICE

FIGURA 1 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 40°C PARA A FASE PRECIPITADA OBTIDA À TEMPERATURA T1, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	1
FIGURA 2 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 50°C PARA A FASE PRECIPITADA OBTIDA À TEMPERATURA T1, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	1
FIGURA 3 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 25°C PARA A FASE PRECIPITADA OBTIDA À TEMPERATURA T2, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	2
FIGURA 4 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 40°C PARA A FASE PRECIPITADA OBTIDA À TEMPERATURA T2, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	2
FIGURA 5 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 50°C PARA A FASE PRECIPITADA OBTIDA À TEMPERATURA T2, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	3
FIGURA 6 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 25°C PARA A FASE PRECIPITADA OBTIDA À TEMPERATURA T3, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	3
FIGURA 7 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 40°C PARA A FASE PRECIPITADA OBTIDA À TEMPERATURA T3, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	4
FIGURA 8 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 50°C PARA A FASE PRECIPITADA OBTIDA À TEMPERATURA T3, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	4
FIGURA 9 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 25°C PARA A FASE SOBRENADANTE OBTIDA À TEMPERATURA T1, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	5
FIGURA 10 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 40°C PARA A FASE SOBRENADANTE OBTIDA À TEMPERATURA T1, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	5
FIGURA 11 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 50°C PARA A FASE SOBRENADANTE OBTIDA À TEMPERATURA T1, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	6
FIGURA 12 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 25°C PARA A FASE SOBRENADANTE OBTIDA À TEMPERATURA T2, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	6
FIGURA 13 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 40°C PARA A FASE SOBRENADANTE OBTIDA À TEMPERATURA T2, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	7

FIGURA 14 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 50°C PARA A FASE SOBRENADANTE OBTIDA À TEMPERATURA T2, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	7
FIGURA 15 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 25°C PARA A FASE SOBRENADANTE OBTIDA À TEMPERATURA T3, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	8
FIGURA 16 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 50°C PARA A FASE SOBRENADANTE OBTIDA À TEMPERATURA T3, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	8
FIGURA 17 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 25°C PARA A FASE PRECIPITADA FORMULADA OBTIDA À TEMPERATURA T1, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	9
FIGURA 18 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 40°C PARA A FASE PRECIPITADA FORMULADA OBTIDA À TEMPERATURA T1, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	9
FIGURA 19 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 50°C PARA A FASE PRECIPITADA FORMULADA OBTIDA À TEMPERATURA T1, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	10
FIGURA 20 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 25°C PARA A FASE PRECIPITADA FORMULADA OBTIDA À TEMPERATURA T2, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	10
FIGURA 21 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 40°C PARA A FASE PRECIPITADA FORMULADA OBTIDA À TEMPERATURA T2, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	11
FIGURA 22 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 50°C PARA A FASE PRECIPITADA FORMULADA OBTIDA À TEMPERATURA T2, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	11
FIGURA 23 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 25°C PARA A FASE PRECIPITADA FORMULADA OBTIDA À TEMPERATURA T3, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	12
FIGURA 24 - REOGRAMAS À TEMPERATURA DE 40°C PARA A FASE PRECIPITADA FORMULADA OBTIDA À TEMPERATURA T3, ANALISADOS DE ACORDO COM OS MODELOS MATEMÁTICOS LP, HB E C, PARA TAXAS DE DEFORMAÇÃO CRESCENTE (IDA) E DECRESCENTE (VOLTA)	12

NOMENCLATURA

A, B	constantes envolvidas na geometria do bico e propriedades do líquido	
C	modelo matemático de Casson	
CV	coeficiente de variação	
d	diâmetro	[μm]
D	sentido da taxa de deformação (crescente ou decrescente)	
DE	dextrose equivalente	
DP	desvio padrão	
EE	Extrato etéreo	
ER	erro relativo	
ERM	erro relativo médio	
F	taxa de alimentação	
FB	Fibra bruta	
FDN	Fibra detergente neutra	
FOS	frutoloigossacarídeo	
GF _n	estrutura química da inulina, onde “n” representa o número de moléculas de frutose (F) e G a molécula de glicose terminal	
GP	grau de polimerização	
HB	Modelo matemático de Herschel-Bulkley	
K	Índice de consistência;	
K _C	viscosidade plástica de Casson	[Pa.s ⁿ]
LP	modelo matemático de Ostwald-de-Waele (Lei da Potência)	
M	massa	[kg]
MM	Matéria mineral	
MPT1	amostras correspondentes à fase precipitada obtida por resfriamento a 8°C formulada com material de parede	
MPT1	amostras correspondentes à fase precipitada obtida por resfriamento a -15°C formulada com material de parede	
MPT2	amostras correspondentes à fase precipitada obtida por resfriamento a -11°C formulada com material de parede	
n	Índice de comportamento.	
N	velocidade do disco atomizador	[rpm]
p, q, r	valores inteiros, dependentes das condições de operação (Quadro 2)	
PB	Proteína bruta	
PT1	amostras correspondentes à fase precipitada obtida por resfriamento a 8°C	
PT2	amostras correspondentes à fase precipitada obtida por resfriamento a -11°C	
PT3	amostras correspondentes à fase precipitada obtida por resfriamento a -15°C	
Q	Vazão mássica	[kg/h]
R ²	coeficiente de determinação	
s, t, u	valores inteiros, dependentes das condições de operação (Quadro 2)	
ST	sólidos totais	
ST1	amostras correspondentes à fase sobrenadante obtida por resfriamento a 8°C	
ST2	amostras correspondentes à fase sobrenadante obtida por resfriamento a -11°C	
ST3	amostras correspondentes à fase sobrenadante obtida por resfriamento a -15°C	
T	temperatura	[°C]
T1	temperatura de resfriamento do extrato de chicória de 8°C	

T2	temperatura de resfriamento do extrato de chicória de -11°C	
T3	temperatura de resfriamento do extrato de chicória de -15°C	
v	velocidade	[m/s]
VE	valor experimental	
VT	valor teórico	

LETRAS GREGAS

$\dot{\gamma}$	taxa de deformação	[1/s]
α, β	constantes dependentes da geometria do bico	
ρ	densidade	[kg/m ³]
τ	tensão de cisalhamento	[Pa]
μ	viscosidade	[Pa.s]
η	viscosidade aparente	[Pa.s]
σ	tensão superficial	[Pa]

SUBSCRITOS

$\dot{\gamma}$	dependência da viscosidade aparente com a taxa de deformação
0	inicial
al	alimentação
ar	ar
b	bico
C	Modelo de Casson
d	disco
e	entrada do spray
g	gota
H	Modelo de Herschel-Bulkley
l	líquido
o	orifício
p	partícula
r	resfriamento do extrato líquido concentrado
v	determinação da viscosidade
rel	relativa
s	saída do spray

RESUMO

A inulina é um carboidrato de reserva que pode ser encontrado em uma série de produtos vegetais usualmente consumidos na dieta humana, dentre os quais destacam-se as raízes de chicória. A inulina é utilizada na indústria alimentícia na produção de alimentos com baixo teor calórico, atuando como substituto do açúcar ou da gordura, principalmente em países da Europa, nos Estados Unidos e no Canadá. Além disso, a inulina tem sido reconhecida como um ingrediente funcional, sendo aplicada nas indústrias alimentícia e farmacêutica na produção de medicamentos ou alimentos funcionais. A comercialização da inulina obtida dos produtos vegetais é feita preferencialmente com o produto em pó, devido à facilidade de manipulação, transporte, armazenamento e consumo. Em geral, os processos de obtenção de extrato de inulina em pó, envolvem as etapas de obtenção do extrato líquido por difusão, filtração, concentração por evaporação e secagem em *spray dryer*. No Brasil, existe carência de estudos nessa área, principalmente no que diz respeito aos processos de extração, concentração e secagem do produto, visando a obtenção de produtos de qualidade. O objetivo principal deste trabalho foi o de estudar um processo de obtenção do extrato de inulina em pó, através da obtenção do extrato líquido por abaixamento de temperatura e secagem em *spray dryer*, a partir de raízes de chicória. O processo de obtenção do extrato líquido envolveu as etapas de difusão em água quente, filtração, concentração por evaporação e o resfriamento ou congelamento a diferentes temperaturas (8°C, -11°C e -15°C). Após o resfriamento/congelamento do extrato líquido houve a decantação de uma fase mais concentrada (fase precipitada) sob uma fase mais diluída (fase sobrenadante). A fase precipitada foi estudada em duas condições: pura e formulada com agentes encapsulantes (amido hidrolisado e amido modificado). As fases sobrenadante e precipitada foram caracterizadas quanto à concentração de inulina. A caracterização quanto à densidade e ao comportamento reológico foi realizada para diferentes temperaturas. As amostras congeladas apresentaram maior concentração de inulina na fase precipitada que a amostra resfriada a 8°C, havendo um aumento na concentração de inulina com o decréscimo da temperatura de congelamento. A fase sobrenadante correspondente à temperatura de resfriamento apresentou maior concentração de inulina que as fases sobrenadantes dos extratos congelados. O valor da densidade das fases sobrenadantes situou-se entre 1,047g/ml e 1,101g/ml, sendo que os maiores valores correspondem à fase sobrenadante obtida à temperatura de resfriamento. Os valores da densidade das fases precipitadas puras se mostraram cerca de 1,14 vezes superior ao da água. Após terem sido formuladas, o valor da densidade passou a ser cerca de 1,17 vezes superior ao da água. O comportamento reológico obtido foi de um fluido não-newtoniano, com características

pseudoplásticas, havendo uma tendência em aumentar a viscosidade aparente com o aumento da concentração de inulina. O modelo de Ostwald-de-Waele ajustou-se bem aos dados experimentais. A influência da adição de material de parede foi superior à influência da temperatura na viscosidade aparente do extrato formulado. As fases precipitadas puras e formuladas obtidas para as diferentes temperaturas de resfriamento foram levadas ao spray dryer laboratorial para obtenção do extrato de inulina em pó. O rendimento de obtenção de inulina no processo de secagem em *spray dryer* laboratorial não apresentou grande variação nos valores pela adição de agentes encapsulantes ao extrato nem pelas diferentes formas de obtenção do extrato (temperaturas de resfriamento/congelamento). Entretanto, o congelamento do extrato concentrado à menor temperatura resultou em uma maior concentração de inulina na fase precipitada.

ABSTRACT

Inulin is a storage carbohydrate which can be found in several vegetable products. It is normally consumed in human diets. Amongst these vegetables, chicory roots are distinctive. Inulin is used in the food industry for the production of low caloric foods, replacing sugar or fat, mainly in Europe, USA and Canada. Additionally, inulin has been recognized as a functional ingredient, being applied in the food and pharmaceutical industries in medicines and functional foods. In general, the inulin extract is commercialized as a powder because this is easier to manipulate, to transport and to store. Processes for obtaining the inulin extract usually involve the steps of liquid extraction through diffusion, filtration, concentration by evaporation and spray drying. There is a lack of technical data concerning the extraction, concentration and drying processes, to achieve quality inulin products. The main objective of this work was to study a process for obtaining inulin powder from a liquid extract cooled to different temperatures, followed by spray drying. The process for obtaining the liquid inulin extract involves the stages of diffusion in hot water, filtering, concentration by evaporation and cooling or freezing at different temperatures (8°C, -11°C and -15°C). After the cooling/freezing step, the liquid extract undergoes phase separation, where a more concentrated phase (precipitated phase) precipitates and separates from the upper, more diluted phase (liquid phase). The precipitated phase was studied under two conditions: pure and formulated with encapsulating agents (hydrolyzed and modified starch). The diluted and precipitated phases were characterized for their inulin concentrations. The specific weight and rheological behavior of the different extracts were also determined. The frozen samples presented a greater inulin concentration in the precipitated phase than the cooled sample, showing an increase in the inulin concentration with decrease in temperature. The diluted phase corresponding to the cooled sample showed a greater inulin concentration than the diluted phases of the frozen samples. The density of the diluted phases presented values from 1.047g/ml to 1.101g/ml, where the biggest value corresponded to the cooled diluted phase. The density value of the precipitated phases was about 1.14 times greater than the density of water. After the addition of the encapsulating agents, the value of the density increased to about 1.17 times greater than the density of water. The rheological study showed a non-Newtonian fluid with pseudoplastic behavior. The apparent viscosity increased with increase in inulin concentration. The Ostwald-de-Waele model presented a good fit to the experimental data. The influence of the encapsulating agents was significantly greater than that of temperature, on the apparent viscosity of the formulated extract. The precipitated phases, pure and formulated, obtained from different cooling/freezing temperatures, were dried in a laboratory spray dryer to obtain the inulin

powder. There was no difference in drying efficiency with or without encapsulating agents, for any of the different cooling/freezing temperatures applied to obtain the extract. However, the lowest freezing temperature provided the greatest concentration of inulin in the precipitated phase.

I INTRODUÇÃO

A inulina é um carboidrato de reserva presente em diversos produtos vegetais, formado por uma cadeia de moléculas de frutose e uma molécula de glicose terminal. Dentre os vegetais que produzem a inulina destacam-se as raízes de chicória (*Cichorium intybus*) e de alcachofra de Jerusalém (*Helianthus tuberosus*). Em países europeus, como Bélgica, França e Holanda, a chicória tem sido mais utilizada para a produção industrial de inulina, principalmente devido à sua estabilidade na produção de cadeias longas de glicose e frutose (GFn) e produção constante, mesmo em condições de clima moderado.

A aplicação da inulina na indústria alimentícia, a princípio, resumia-se à produção de bebidas similares ao café, devido ao seu sabor amargo. Entretanto, recentemente, descobriu-se que a inulina pode atuar como substituto do açúcar ou da gordura, com a vantagem de não resultar em incremento calórico. A partir de então, a inulina passou a ser aplicada como ingrediente em uma série de alimentos com teores reduzidos ou isentos de açúcares ou gorduras, tais como chocolates, sorvetes e iogurtes, dentre outros. Sua utilização em produtos com baixas calorias e teor de gordura reduzido, em países da Europa, nos Estados Unidos e no Canadá, já é bastante difundida.

Além de atuar como substituto do açúcar ou da gordura, a inulina apresenta também algumas propriedades funcionais. Ela atua no organismo de maneira similar às fibras dietéticas, contribuindo para melhorar as condições do sistema gastrointestinal. Devido a essas propriedades, as indústrias alimentícia e farmacêutica têm encontrado aplicações para a inulina na produção de alimentos funcionais, compostos nutritivos e medicamentos.

A inulina é um carboidrato com solubilidade dependente da temperatura, sendo fracamente solúvel a temperaturas baixas. Por esse motivo o extrato líquido de inulina, ao ser resfriado, apresenta uma separação de fases: uma, mais concentrada, que se precipita (precipitado) e uma outra, mais diluída, sobrenadante.

A forma de comercialização mais estável da inulina é o extrato em pó. Esse tipo de produto é mais vantajoso por apresentar maior facilidade de manipulação, transporte, armazenamento e consumo. O método utilizado com maior frequência para obtenção dessa forma do extrato é a secagem por atomização (*spray dryer*), operação essa que requer um elevado consumo de energia. Um procedimento geralmente adotado para reduzir os gastos energéticos é a concentração por evaporação do extrato líquido antes da secagem.

Devido à baixa solubilidade da inulina a baixas temperaturas, uma outra alternativa para a concentração do seu extrato líquido, antes da secagem em *spray*, seria o resfriamento desse extrato, levando-se apenas a fase precipitada para a secagem por atomização.

No Brasil, ainda não existem muitos estudos a respeito da exploração comercial da chicória para a extração de inulina, nem dos processos envolvidos. Em geral, esses estudos ainda são restritos à área agrônômica, na seleção dos cultivares mais adequados ao nosso clima.

Essa pesquisa teve origem no projeto “Desenvolvimento de processos de produção e recuperação de oligômeros de frutose por métodos não convencionais”, financiado pelo PADCT, envolvendo as instituições: Faculdade de Engenharia Química (FEQ), Faculdade de Engenharia de Alimentos (FEA), Centro Pluridisciplinar de Química, Biologia e Agronomia (CPQBA), da UNICAMP, e o Centro de Desenvolvimento Biotecnológico, de Santa Catarina. No CPQBA, as pesquisas estão relacionadas à verificação de condições de plantio que propiciem melhor rendimento de campo, aliado à concentração de inulina na raiz de chicória, constituindo um projeto de tese: “Desenvolvimento Agrotecnológico da espécie *Cichorium intybus* L” (FIGUEIRA, 2000).

Esse trabalho teve como objetivo estudar um processo de obtenção de inulina em pó, por abaixamento de temperatura e secagem em *spray dryer*, utilizando o extrato concentrado de raízes de chicória.

II OBJETIVOS ESPECÍFICOS

O objetivo deste trabalho foi o estudo de um processo de obtenção de inulina em pó, através da concentração por abaixamento de temperatura e secagem em *spray dryer* do extrato líquido concentrado de raízes de chicória. O estudo foi realizado para três diferentes temperaturas de resfriamento:

- Temperatura de um refrigerador doméstico: 8°C;
- Temperatura de um congelador doméstico: -11°C;
- Temperatura de um freezer industrial: -15°C

Os objetivos específicos do trabalho foram:

- Caracterizar as duas fases distintas do extrato líquido de inulina – fases sobrenadante e precipitada – obtidas para as diferentes condições de processo, através da composição centesimal, densidade e propriedades reológicas;
- Verificar a concentração de inulina presente nas fases precipitada e sobrenadante dos extratos, para as diferentes condições de processo;
- Utilizar técnicas de microencapsulação, testando a melhor formulação de material de parede empregada por NOGUEIRA (2001), com a fase precipitada do extrato de inulina, avaliando o rendimento e retenção de inulina no produto em pó, obtido por secagem em *spray dryer*;
- Obter, a partir do extrato líquido de inulina, um produto desidratado, em pó, com baixo teor de umidade e alto teor de inulina.

III REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 CHICÓRIA (*CICHORIUM INTYBUS*) E SUAS APLICAÇÕES

ALZUGARAY & ALZUGARAY (1983) descrevem a chicória; também conhecida por almeirão, chicória amarga ou escarola; como uma planta vivaz e de altura média. Suas folhas são lanceoladas e dentadas, seus talos pubescentes e suas flores apresentam uma cor azul viva. As folhas, assim como as raízes, apresentam um sabor amargo. A Figura 1 ilustra o aspecto das flores da chicória.



Fonte: GALVÃO (1995)

Figura 1 – Flores de chicória (*Cichorium intybus* L.)

A chicória é uma planta que cresce espontaneamente por toda a Europa e Ásia, em lugares secos, às margens dos caminhos e em terrenos baldios (ALZUGARAY & ALZUGARAY, 1983). Talvez por esse motivo, alguns autores considerem, em alguns trabalhos científicos, a *Cichorium intybus* como uma espécie invasora. Tais autores estudam a capacidade do tubérculo (rico em material de reserva) de brotar na primavera, sendo a espécie considerada como uma praga persistente (CYR, BEWLEY, DUMBROFF, 1990).

De acordo com GALVÃO (1995), a chicória é uma planta nativa da Europa, que pode ser cultivada em praticamente todo o mundo. As variedades cultiváveis de chicória se adaptam bem ao clima temperado ou frio. Em nossa região, podem ser plantadas durante o ano todo, porém,

desenvolvem-se melhor no inverno. As plantas são colhidas no outono e na primavera (ALZUGARAY & ALZUGARAY, 1983; GALVÃO, 1995).

FIGUEIRA (2000) realizou um estudo agrotecnológico da espécie *Cichorium intybus*, e verificou que, no Brasil, a chicória pode ser cultivada tanto na primavera quanto no outono. Entretanto, a produtividade (kg/m^2) se mostrou maior no ciclo do outono, quando o período de cultivo é maior.

VAN LOO et al. (1995) relatam que a chicória tem sido utilizada como alimento por humanos desde os primórdios. Os egípcios antigos (4000 aC), os gregos (450 aC) e os romanos utilizavam a chicória como alimento, sendo consumida crua, cozida ou torrada. Também era considerada como remédio contra diversos males.

As folhas de chicória podem ser consumidas como hortaliças de folhas verdes ou ainda como hortaliças mais finas, produzidas a partir dos seus brotos (endívia) (FIGUEIRA, 2000). Na medicina caseira, as folhas de chicória são aplicadas como estimulantes da secreção gástrica e como redutores da taxa de glicose do sangue (GALVÃO, 1995).

O látex da raiz seca de chicória é conhecido por apresentar propriedades tônicas, depurativas, diuréticas e laxantes. Por essa razão, as raízes de chicória são utilizadas para inúmeras aplicações. Na medicina caseira, o seu decocto é benéfico em casos de icterícia, gota e reumatismo. Já o chá, feito com as raízes, funciona como diurético, laxante suave e estimulante das funções do fígado (GALVÃO, 1995).

As raízes de chicória apresentam um sabor particularmente amargo, provocado pela presença de um carboidrato de reserva chamado inulina. Devido a esse sabor amargo, as raízes de chicória costumavam ser torradas e utilizadas por holandeses e egípcios para a produção de bebidas com propriedades similares ao café. Desde o final do século XVIII, o “café chicória” tem sido preparado em vasta escala industrial, sendo bastante consumido na Europa até os dias de hoje (VAN LOO et al., 1995).

Mais recentemente, a inulina foi identificada como um ingrediente capaz de substituir a gordura ou o açúcar, com baixa contribuição calórica (ROBERFROID, GIBSON, DELZENNE, 1993; APPLIED TECHNOLOGY, 1993), passando a ser empregada como ingrediente na produção de alimentos conhecidos no mercado como *light*, *no fat* ou *low fat*.

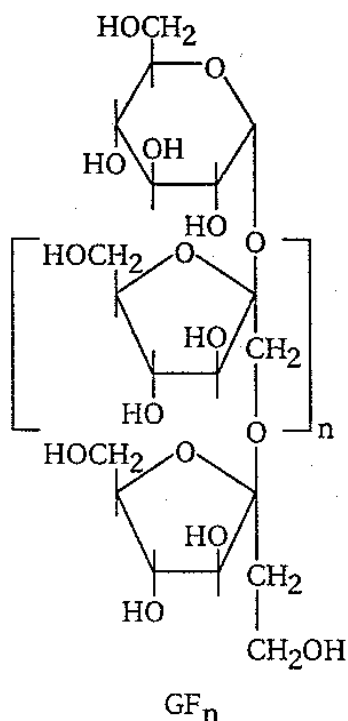
Por atuar junto ao organismo de maneira similar às fibras dietéticas, a inulina, presente nas raízes de chicória, pode ainda ser utilizada na produção de alimentos funcionais.

3.2 INULINA

3.2.1 Estrutura química

A inulina é um carboidrato pertencente ao grupo de polissacarídeos chamados frutanas, composto por uma cadeia principal de unidades de frutose, unidas por ligações β -(2,1)-frutofuranosídicas, com uma unidade de glicose terminal. Sua fórmula pode ser descrita como **GF_n**, onde **G** representa a molécula de glicose, **F** a molécula de frutose e **n** o número de unidades de frutose (SILVA, 1996; VAN LOO et al., 1995; ROBINSON, 1995). A estrutura química da inulina pode ser observada na Figura 2.

Os fruto-oligossacarídeos (**FOS**) são definidos como polímeros de D-frutose, terminando com uma molécula de glicose, de forma que a inulina pode ser classificada como um fruto-oligossacarídeo (SILVA, 1996).



Fonte: ROBERFROID, GIBSON, DELZENNE (1993)

Figura 2 – Estrutura química da inulina

LAURENZO, NAVIA, NEIDITCH (1999) e SILVA (1996) definem a inulina como um FOS composto por uma mistura de oligômeros de diferentes graus de polimerização (GP) que ocorre naturalmente em produtos vegetais tais como cebola, alho, alcachofra de Jerusalém, dahlia e raízes de chicória. De acordo com os autores, as inulinas produzidas por diferentes tipos de plantas, a diferentes

estágios do ciclo de crescimento da planta, ou sob diferentes condições climáticas, irão, geralmente, apresentar diferentes graus médios de polimerização.

O teor de inulina nas raízes de chicória, bem como o grau de polimerização dos mesmos, é variável com uma série de fatores, tais como: época de plantio, época de colheita, espaçamento entre plantas, período de armazenagem, dentre outros. A inulina extraída de raízes de chicória é uma mistura de oligômeros com diferentes graus de polimerização, com um comprimento médio de cadeia de aproximadamente 9, tendo a seguinte formulação média: monossacarídeos (2%), dissacarídeos (5%) e inulina com GF3 a GF60 (93%). Praznik & Beck (1985), citados por VAN LOO et al (1995), demonstraram que 55% da inulina presente nas raízes de chicória apresentam um GP entre 2 e 19; 28% entre 19 e 40 e 17% da inulina possui um GP>40.

Os diferentes graus de polimerização da inulina afetam suas propriedades físicas, como viscosidade e capacidade de formação de gel (SILVA, 1996), sendo, portanto, uma importante característica a ser estudada.

3.2.2 Considerações nutricionais

A inulina é um FOS que pode ser encontrado em mais de 30.000 espécies vegetais, inclusive algumas consumidas normalmente na dieta humana (SILVA, 1996), conforme pode ser observado no Quadro 1.

Quadro 1 – Níveis de inulina em vegetais consumidos na dieta humana

Planta	Nível de inulina (%)
Trigo	1 – 4
Cebola	2 – 6
“Murmong”	8 – 13
Alho porro	10 – 15
Aspargos	10 – 15
Raiz de chicória	13 – 20
“Yacon”	15 – 20
Raiz de barba de bode	15 – 20
Alcachofra de Jerusalem	15 – 20
Tubérculos de Dahlia	15 – 20
Alho	15 – 25

Fonte: SILVA (1996)

De acordo com SILVA (1996) e TEEUWEN, THONÉ, VANDORPE (1992), os povos aborígenes australianos consumiam “murmong” (*Microseris scapigera*) no século XIX como principal

fonte vegetal de alimento, com média diária de 200 a 300 gramas. Trata-se de uma planta tuberosa rica em inulina. O mesmo é verdade para os tubérculos de “yacon” (*Polminia sonchifolia*), que são vegetais tradicionais para algumas tribos indígenas latino-americanas e o novo alimento da moda para os japoneses contemporâneos. Já na Europa Ocidental, a alcachofra de Jerusalém foi a principal fonte de carboidratos até o advento da batata.

TEEUWEN, THONÉ, VANDORPE (1992), relatam que a inulina obteve o status de alimento durante as guerras mundiais, onde as pessoas consumiam tubérculos de dahlia ou tulipas, por falta de batatas.

A dose diária aceitável (ADI) para inulina é estabelecida em 40 gramas. Entretanto, não existem evidências de toxicidade ou distúrbios gastrointestinais associados ao consumo de inulina. A média diária de consumo *per capita* varia de 1 a 10 gramas em populações da parte ocidental dos EUA e da Europa (VAN LOO et al., 1995).

A inulina pode ser considerada como um ingrediente funcional, com baixa contribuição calórica, devido às seguintes propriedades nutricionais:

- Após a ingestão, a inulina não é quebrada no sistema digestivo humano, devido à resistência à hidrólise oferecida pelas ligações β -(2,1) entre as molécula de frutose (ROBINSON, 1995). Por esse motivo, não resulta em contribuição calórica nesse processo. Apenas no cólon ocorre a degradação de inulina por fermentação de bactérias e, conseqüentemente, vai ocorrer uma baixa contribuição calórica indireta em cerca de 1,0 a 1,5 kcal/g de inulina (ROBERFROID, GIBSON, DELZENNE, 1993) ou 1,48 kcal/g de inulina (RANHOTRA, GELROTH, GLASER, 1993).
- A inulina afeta os parâmetros fisiológicos do sistema digestivo, como esvaziamento gástrico, tempo de trânsito, pH, e massa fecal de forma similar às fibras dietéticas (ROBERFROID, GIBSON, DELZENNE, 1993). Pelo efeito benéfico no sistema digestivo, a inulina é considerada um “alimento funcional”.
- A ingestão de inulina resulta em um significativo incremento dos benefícios das bifidobactérias. A flora *Bifidus* estimula o sistema imunológico, a absorção de minerais e inibe o crescimento de bactérias nocivas ao organismo (HEWITT, 1994).

A inulina é considerada como um alimento, e não um aditivo, em 12 países, entre os quais estão: EUA, Bélgica, França, Luxemburgo, Dinamarca, Japão e Reino Unido. Por esse motivo, não está sujeita a regulamentação (CÂNDIDO & CAMPOS, 1995).

3.2.3 Solubilidade da inulina

De acordo com SILVA (1996), a inulina é solúvel em água, com solubilidade dependente da temperatura. A 10°C, a solubilidade é de 6%, ao passo que, a 90°C, cresce para aproximadamente 35%.

HOEHN, McKAY, MURRAY (1983) descrevem a inulina como sendo levemente solúvel em água para temperaturas abaixo de 50°C. Para temperaturas mais elevadas, essa solubilidade tende a se elevar substancialmente, sendo, portanto, preferível solubilizar a inulina a temperaturas entre 80 e 90°C. As temperaturas elevadas também aumentam a taxa de solubilização da inulina, inativando as enzimas presentes, as quais podem interferir em processos posteriores. Além disso, o uso de altas temperaturas no processo de extração resulta em menores quantidades de compostos nitrogenados no produto final.

Sob condições normais, a inulina é dispersível em água, mas pode ter tendência a precipitar devido às suas características altamente higroscópicas. A dispersibilidade pode ser melhorada através da adição de açúcar ou amido.

HÉBETTE, DELCOUR, KOCH (1998) mostraram que quando soluções concentradas de inulina (30-45% em peso) são resfriadas a 1°C/min ou 0,25°C/min de 96°C até 20°C, há formação de suspensões de material semi-cristalino em água.

Berghofer et al. (1993), citados por HÉBETTE, DELCOUR, KOCH (1998), utilizaram extração em água quente e cristalização subsequente para isolar a inulina de raízes de chicória fatiadas. Então, o extrato puro de inulina foi concentrado a pressão reduzida a 40% em peso de inulina. Quando a solução de inulina foi resfriada de 95 a 4 °C durante 30 horas, parte da inulina precipitou-se ou cristalizou-se como uma substância pastosa, a qual poderia ser removida por filtração e posteriormente utilizada na produção de inulina em pó por *spray dryer*. Dificuldades no processamento e na remoção por filtração da inulina ocorreram após a cristalização.

HÉBETTE, DELCOUR, KOCH (1998) propõem que esse fracionamento ocorra durante a cristalização devido ao fato de as cadeias longas apresentarem uma solubilidade menor que as curtas e portanto, cristalizarem mais rápido e também a temperaturas mais elevadas durante a cristalização dinâmica. O efeito do fracionamento, no entanto, não é muito aguçado: parte do material de baixo peso molecular co-cristaliza com o de alto peso molecular a altas temperaturas.

A difusão das cadeias de alto peso molecular para a superfície de cristalização é relativamente lenta e o material não incorporado nos cristais de alta temperatura contribui com a formação de material de baixo peso molecular na formação de cristais à temperatura ambiente.

3.2.4 Exploração comercial

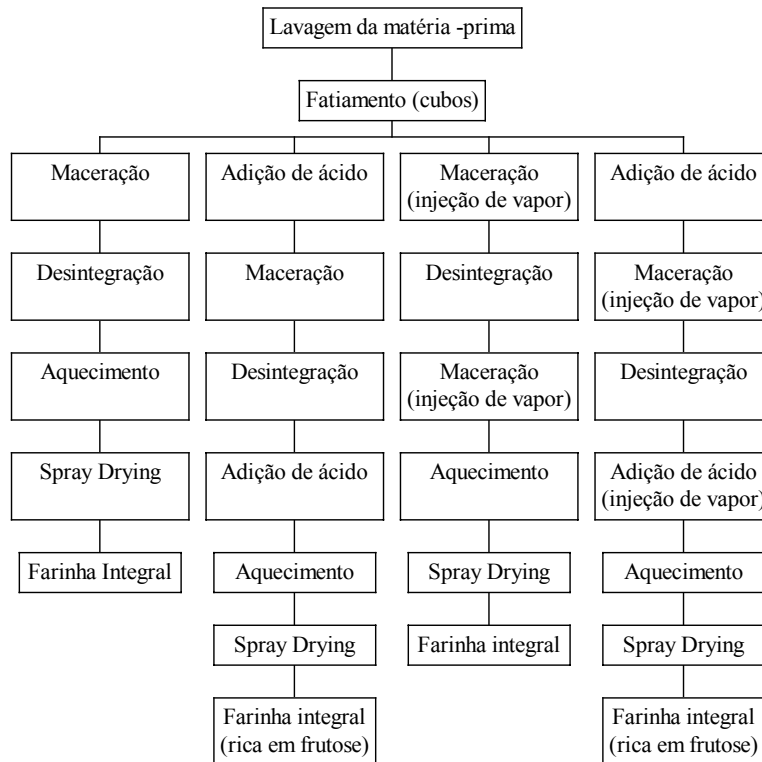
SILVA (1996) relata que carboidratos como inulina podem ser obtidos através de fungos e bactérias. Entretanto, a fonte de inulina predominantemente usada comercialmente é baseada nos produtos vegetais. De acordo com SILVA (1996) e LAURENZO, NAVIA, NEIDITCH (1999), as raízes de chicória são os produtos vegetais mais aplicados para a produção comercial de inulina.

LEENHEER & HOEBREGS (1994) mencionam a existência de dois tipos de raízes apropriadas para a exploração comercial: alcachofra de Jerusalém (*Helianthus tuberosus*) e chicória (*Cichorium intybus*). A chicória tem sido usada para a produção industrial de inulina na Bélgica, Holanda e França. As razões desta escolha estão na estabilidade de produção de cadeias longas do GFn e uma boa produção, mesmo em condições de clima moderado.

Devido ao reconhecido valor nutricional e funcional apresentado pela inulina e pelas oligofrutoses presentes nas raízes de chicória, o grupo Rhône-Poulenc decidiu comercializar esses produtos através de um acordo com o grupo Raffinerie Tirlemontoise S. A., na Bélgica. Os nomes comerciais dos produtos são Raftiline® e Raftilose®. O primeiro é composto principalmente por inulina e é utilizado industrialmente como substituto da gordura. O segundo, composto por oligofrutose, mono e dissacarídeos, é aplicado como substituto superior do açúcar. Esses produtos são hoje comercializados em 16 países da Europa, no Japão e nos EUA (APPLIED TECHNOLOGY, 1993).

3.2.5 Processos de obtenção de inulina

YAMAZAKI et al. (1989) descrevem quatro alternativas para a obtenção de dois tipos de produto a partir de tubérculos de alcachofra de Jerusalém: farinha integral e farinha integral rica em frutose, conforme mostra a Figura 3. De acordo com os autores, a inclusão de ácidos no processo de extração resulta em uma farinha mais doce, por haver maior extração de frutose.



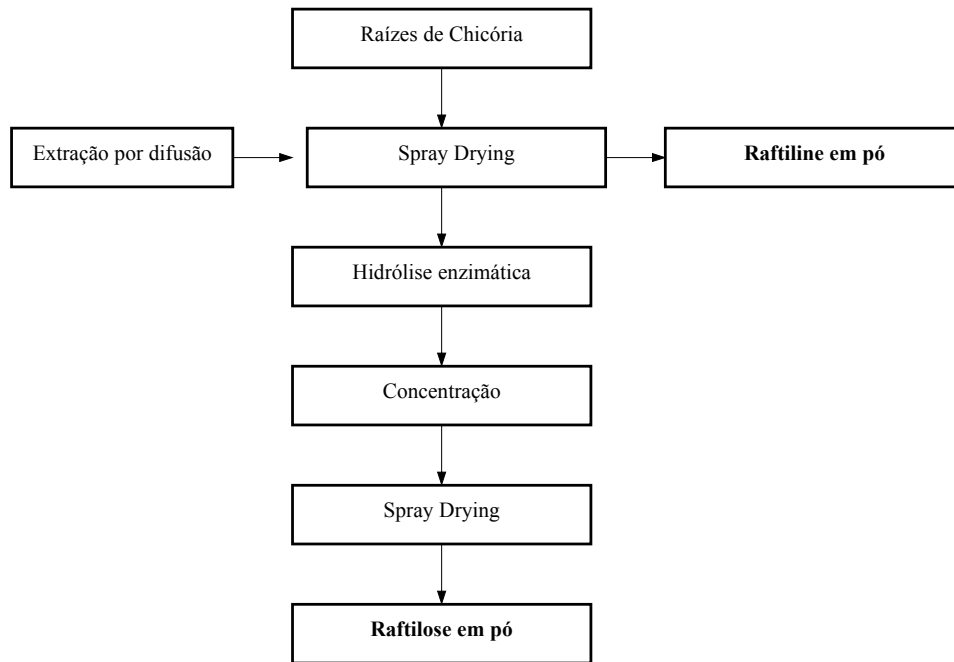
Fonte: YAMAZAKI et al. (1989)

Figura 3 – Processamento básico de tubérculos de alcachofra de Jerusalém para a obtenção de inulina nas formas de farinha integral e farinha integral rica em frutose

Os autores preconizam, como resultado da invenção, algumas vantagens, tais como:

- a) transformação da matéria-prima em produtos estáveis (farinha não-hidrolisada e farinha parcialmente hidrolisada);
- b) possibilidade de aplicação como *starter* na produção de FOS de cadeias curtas ou na produção de xarope de frutose contendo FOS;
- c) produto substituto do leite na alimentação animal;
- d) alternativa de plantio para o trigo, batatas e tabaco em países de clima favorável à cultura.

A publicação APPLIED TECHNOLOGY (1993), apresenta um esquema de obtenção dos produtos comerciais Raftiline® e Raftilose®, conforme ilustra a Figura 4.

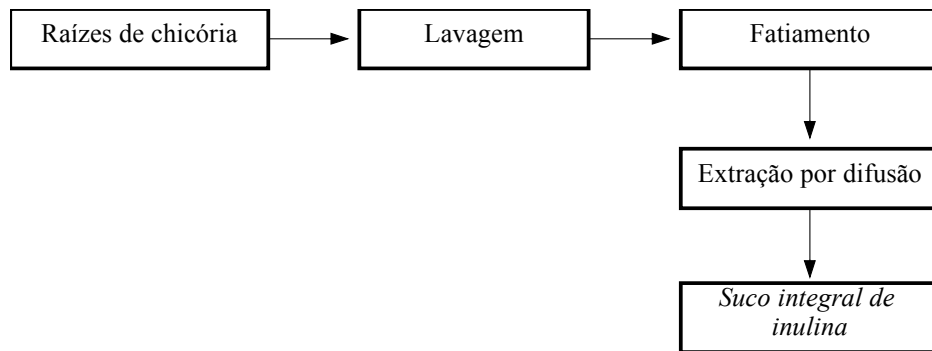
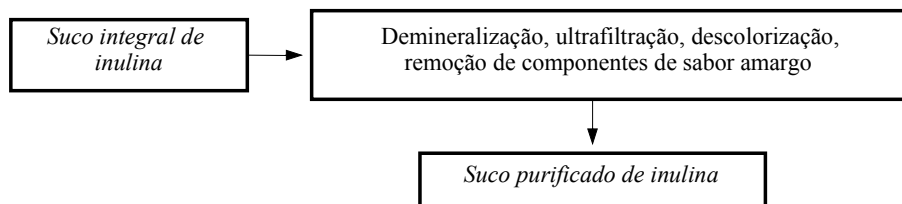
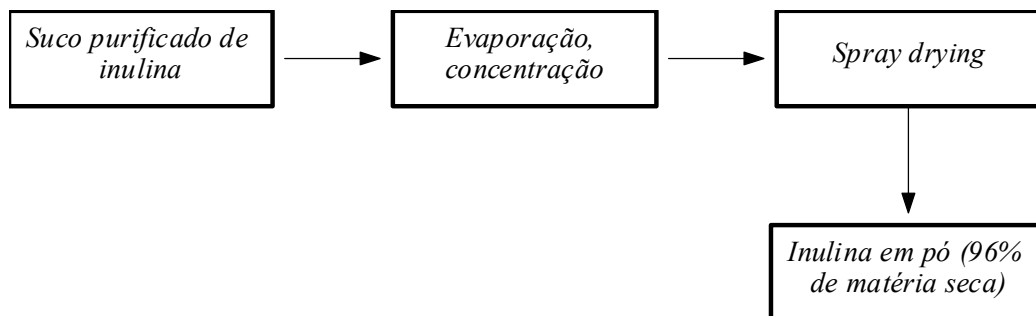


Fonte: APPLIED TECHNOLOGY (1993).

Figura 4 – Produção de Raftiline e Raftilose a partir de raízes de chicória

De acordo com LAURENZO, NAVIA, NEIDITCH (1999), os métodos convencionalmente utilizados para extrair inulina de produtos vegetais, tais como alcachofra de Jerusalém ou raízes de chicória, incluem as seguintes etapas: lavagem dos tubérculos; fatiamento ou moagem dos tubérculos; extração de inulina com água; tratamento do extrato com dióxido de carbono e cal; filtragem e recuperação da inulina por precipitação ou evaporação.

SILVA (1996) descreve um processo de obtenção de inulina em pó conforme ilustra a Figura 5, onde são destacadas três etapas: extração, purificação do extrato e secagem em *spray dryer*.

Etapa 1 – Extração**Etapa 2 – Purificação****Etapa 3 – Secagem**

Fonte: SILVA (1996)

Figura 5 – Processo de obtenção de inulina em pó

HOEHN, McKAY, MURRAY (1983) descrevem um processo para obtenção de xarope de frutose a partir da inulina extraída de alcachofras de Jerusalém. O processo para a obtenção de inulina inclui a extração em água quente para solubilização da inulina. Os autores relatam a importância de se utilizar temperaturas elevadas (entre 80 e 90°C), uma vez que elas aumentam a solubilização da inulina e produzem um extrato mais puro, pela redução da remoção de compostos nitrogenados.

VAN LOO et al. (1995), em estudo sobre a presença de inulina em produtos vegetais que fazem parte da dieta do oeste europeu utilizaram a extração por difusão em água quente. Com a finalidade de prevenir contra a hidrólise por enzimas vegetais liberadas durante o processo de extração, água destilada fervente foi adicionada a uma amostra de produto vegetal macerada, na proporção mínima de 1:5 (amostra : água). A extração foi realizada em banho-maria a 75°C durante 1 hora, sob agitação constante.

PARK et al. (2000) propõem um processo para obtenção de um concentrado de inulina utilizando a técnica de abaixamento de temperatura e posterior separação física. No processo, as raízes de chicória são lavadas, descascadas e picadas. Em seguida, as raízes sofrem o processo de extração. O extrato obtido é então filtrado e posteriormente concentrado. O extrato concentrado é levado a uma câmara de congelamento (temperaturas entre -8 e -50°C), onde ocorre decantação dos frutooligossacarídeos de inulina pelo abaixamento de temperatura. Após descongelamento dos extratos, é feita a separação física entre as fases sobrenadante (líquida) e precipitada (semelhante a um creme), obtidas pelo abaixamento de temperatura do extrato.

3.2.6 Aplicações

Normalmente, ao se referir a processos de transformação da chicória, tem-se como primeira imagem uma bebida com propriedades similares ao café, devido ao antigo hábito de se produzir bebidas de sabor amargo a partir das raízes desse vegetal.

Entretanto, recentemente a inulina foi identificada como um ingrediente capaz de substituir a gordura ou o açúcar (APPLIED TECHNOLOGY, 1993).

A maior crítica a produtos sem gordura ou com baixo teor de gordura (*low fat* ou *no fat*) se refere à sensação que o decréscimo de textura, *flavor* e *mouthfeel* (sensação tátil bucal) causa no consumo. Para substituir ou reduzir gordura com sucesso, o substituto deve não apenas resultar em produto com baixo valor calórico, mas simultaneamente suprir as propriedades funcionais como estabilidade ao calor, emulsificação, espalhamento, textura e *mouthfeel* (SILVA, 1996).

A maioria dos substitutos de gordura não contribui nas propriedades texturizantes de forma similar à gordura.

A inulina é um modificador reológico e pode ser utilizado para otimizar a textura em sistemas de alimentos. Ela tem a propriedade de formar um creme quando dissolvida em água, semelhante ao produzido por uma gordura. As propriedades de um gel podem ser aumentadas e otimizadas através da

adição de outros ingredientes como gomas e surfactantes (CÂNDIDO & CAMPOS, 1995; SILVA, 1996).

ROBINSON (1995) relata que estas interações entre inulina e hidrocolóides podem resultar em sistemas com um sinergismo de viscosidade combinada com escoabilidade, que é ausente em sistemas puros hidrocolóides/água. Baseado nesta propriedade, as aplicações da inulina têm sido utilizadas para: aumentar a viscosidade, dar corpo e otimizar a textura em bebidas de baixas calorias, fornecer espalhamento em produtos *low fat* ou *no fat*, iogurtes, sorvetes, mousses, molhos de salada, chocolate, queijos processados, e substituir gorduras em carnes.

O gel aquoso de inulina tem um potencial básico substituto de gordura e muitos sistemas têm sido desenvolvidos para diferentes aplicações, incluindo: gel aquoso de inulina/surfactantes, emulsões óleo/água/inulina e combinações de inulina/água/gomas (SILVA, 1996). O autor relata ainda que o uso de inulina em processos de produção de margarina pode reduzir para 20-40% de gordura em substituição ao padrão de 80% de gordura.

A inulina pode ainda ser utilizada em produtos de panificação e produtos de cereais, com as seguintes funções (SILVA, 1996):

- Controle da umidade, associado à capacidade da inulina em se ligar com a água, o que pode contribuir também para aumentar a vida útil do produto.
- Controle da viscosidade em bolos e pudins, particularmente em massas com baixos teores de gordura. Enquanto a adição de gomas causa um aumento da viscosidade, uma combinação ótima entre gomas e inulina pode imitar o corpo, a viscosidade e o escoamento típico de massas com alto teor de gordura.

Os produtos comerciais Raftiline[®] e Raftilose[®] são exemplos da aplicação comercial da inulina como ingrediente funcional (APPLIED TECHNOLOGY, 1993). A Raftiline age como suplemento de fibra dietética e como substituto de gordura ou açúcar. Esta propriedade tecnológica, foi denominada pelo grupo Rhône Poulenc como Raftcreming, onde o produto em pó pode ser convertido em um creme com textura semelhante à gordura. Em produtos lácteos, melhora a estabilidade de emulsões, não produzindo sabor residual quando aplicado. A Raftilose é moderadamente doce, não produz sabor residual e suas propriedades físicas são similares às do xarope de glicose; contribui para o abaixamento do ponto de congelamento e elevação do ponto de ebulição. Na Europa, a Raftilose é comumente utilizada como substituto de gordura em sorvetes, sobremesas e produtos lácteos.

A aplicação da inulina na indústria alimentícia, no entanto, não se restringe apenas a substituir a gordura ou o açúcar. Existe, hoje, uma série de produtos patenteados onde a inulina é utilizada como

ingrediente, seja por sua propriedade de substituir a gordura e o açúcar ou por suas propriedades funcionais, atuando no organismo de maneira similar às fibras dietéticas. BRASSART et al.(1999) e GREEN et al. (1998) produziram uma composição nutritiva baseada em fibras, contendo a inulina como ingrediente. GREEN et al. (1998) mencionam que o produto pode ser ministrado como alimento completo ou suplemento alimentar para pacientes clínicos ou crianças. ANANTHARAMAN, BALLEVRE, ROCHAT (1999) patentearam o processo de obtenção de um produto de cereal gelatinizado contendo uma parte de planta que contenha inulina, como as raízes de chicória. Esse produto pode ser utilizado tanto na produção de ração para animais como no preparo de cereais matinais.

THEUER & COOL (1998) desenvolveram composições para alimentos de bebês, onde a inulina faz parte dos componentes nutricionais, tendo a função de estimular seletivamente a colônia de bifidobactérias na infância. KRISHNAMURTHY & WITTE (1998) e JAMES (1998) criaram um método para produção de molhos emulsificantes ou viscosos com teor de gordura reduzido, utilizando inulina. YATKA, RICHEY, MEYERS (1995) utilizam a inulina na fabricação de gomas de mascar, conferindo-lhes melhores propriedades de absorção de umidade e maior vida útil.

Observa-se ainda a existência de patentes onde a inulina é aplicada para produção de coberturas de sorvetes (LESENS et al., 2000); de pastas de nozes (MEADE, 2000) e chocolates (ZUMBE & SANDERS, 1999) com baixas calorias e teor de gordura reduzido; produtos similares às manteigas e margarinas, com alto poder de espalhamento e baixo teor de gordura (BULIGA et al., 1996) e produtos que venham a atuar como substitutos de gordura em sistemas de alimentos (MILLER et al. 2000; MILLER, 2000; YOUNG & CROSBY, 2000).

Há ainda uma série de patentes de processos para produção de produtos à base de frutose a partir da inulina proveniente de diferentes produtos vegetais, conforme relatam FAN (1988); PARTIDA, LOPEZ, GOMES (1988) e KERKHOFFS, (1981).

A aplicação de inulina, entretanto, não se limita à indústria alimentícia. Existem registros do uso de inulina na indústria farmacêutica e na produção de alimentos funcionais. ROBERFROID et al. (1998) relatam o uso da inulina na produção de alimentos funcionais para prevenção de câncer de mama e tratamento de câncer nos seios. MANN (1996) utiliza inulina na formação de compostos utilizados como reguladores da composição de açúcar no sangue de animais de sangue quente. COOPER (1990) utilizou a inulina para produzir uma composição farmacêutica a ser utilizada em tratamentos contra tumores. PAUL (1998) aplicou a inulina na produção de composições contendo fibras para a saúde gastrointestinal. O autor menciona que a vantagem de se utilizar a inulina encontra-

se no fato de ela não afetar os níveis de glicose e insulina, sendo prontamente fermentada pela microflora intestinal, promovendo o crescimento de certos microorganismos benéficos. LISKA et al. (2000) também utilizaram inulina para formular uma composição com a finalidade de melhorar a integridade da microflora intestinal, a ser utilizada como suplemento alimentar.

3.2.7 Mercado

Os novos produtos, cada vez mais disponíveis no mercado internacional, obtidos pela redução ou substituição de gorduras (*low fat* ou *light*), encontram um mercado promissor. Tais produtos surgem com a finalidade de atender à crescente demanda, provocada pelos apelos de marketing e por pessoas cada vez mais preocupadas com melhores condições de saúde e de manutenção ou redução de peso. O incentivo proporcionado por essa demanda crescente tem permitido a melhoria das tecnologias e o desenvolvimento de melhores ingredientes e métodos de produção.

Embora o mercado consumidor esteja cada vez mais disposto a consumir produtos com baixas calorias ou isentos de gordura, esse também tem se tornado cada vez mais exigente. Ao buscar os produtos rotulados como *light* ou *low fat*, as pessoas esperam encontrar a mesma qualidade que obteriam nos produtos convencionais, como sabor e textura adequados, associada à ausência de colesterol e ao baixo teor de gorduras. UNGER (1995) relata a existência de uma onda “antidiet”, onde a população norte-americana está preferindo ingerir alimentos que proporcionam prazer de comer, ricos em sabor e corpo, em detrimento de alimentos saudáveis. Esse movimento mostra a necessidade de se buscar ingredientes capazes de substituir o açúcar ou a gordura sem alterar a qualidade do produto original, conferida por tais ingredientes.

Para que isso seja possível, instituições públicas e privadas, especialmente na Europa, EUA e Japão, têm desenvolvido cada vez mais pesquisas com o objetivo de obter alimentos com as propriedades sensoriais e funcionais das gorduras, porém, sem o seu elevado teor calórico (SCHRODER & BAER, 1991; BULLOCK et al., 1992).

Em junho de 1995, foi realizada a *Institute of Food Technologists Food Expo*, da qual participaram 2100 exibidores de 18 países, onde empresas como Pfizer, FMC, Van den Berg, Rhone-Poulenc, Opta Food, Firminich, Reed Corporation, Bunge Foods Group, dentre outras, apresentaram inúmeros ingredientes e produtos “isentos” ou “de baixo teor de gordura”, demonstrando o crescente mercado neste setor (DARRINGTON, 1995).

BYRNE (1997), apresentando a tendência de consumo de novos produtos, cita a aplicação da inulina extraída de raízes de chicória (produto comercial: Raftiline) em produtos *low fat*, *no fat*, *low cholesterol*, *low caffeine*, como alternativa saudável de consumo de alimentos enriquecidos.

Mais recentemente, FASSI (1998) afirma o crescente interesse em novos alimentos, principalmente aqueles com formulações que utilizam ingredientes funcionais tendo em vista serem não apenas saudáveis, mas também apresentarem efeitos relacionados à cura de certas doenças.

BYRNE (1998), relata que nos últimos anos o desenvolvimento de novos produtos floresceu com atividades principais em alimentos funcionais, produtos para crianças e kits de refeições de alimentos preparados. Em relação aos alimentos funcionais, afirma que o crescimento do setor teve um incremento elevadíssimo, caracterizado, principalmente, pelo marketing de alimentos para “saúde positiva”, em países da União Européia. Em outras partes do mundo, como por exemplo no Japão, houve também crescimento do setor, com enfoque principal em produtos elaborados com um ou mais ingredientes que proporcionem benefícios à saúde. Dentre os principais novos ingredientes/produtos, os oligossacarídeos (inulina) são citados em iogurtes, bebidas de frutas, queijos, sorvetes, chocolates, dentre outros, com a função principal de ser um ingrediente probiótico, ajudando à manutenção da flora intestinal.

O mercado nacional de alimentos para fins especiais acompanha a tendência internacional da “onda diet” ou *light*, relacionada principalmente a produtos com substitutos de açúcar, como os edulcorantes artificiais ou naturais (MENEZES & VIEGAS, 1990 e MENEZES, 1990).

Após 1988, por meio das modificações na legislação brasileira que passaram a considerar os dietéticos como alimentos e não mais como medicamentos, o crescimento foi explosivo. Este crescimento não foi acompanhado por atualizações da legislação, ocasionando distorções e disponibilidade de produtos cuja comercialização e uso contribuíram para confundir o consumidor (CÂNDIDO & CAMPOS, 1995).

Em 1995, a portaria nº 41/95 SVS/MS, revisada pela portaria nº122/95 SVS/MS forneceu subsídios para que o mercado pudesse começar a se organizar (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DAS INDÚSTRIAS DA ALIMENTAÇÃO, 1989/1993).

Como é possível perceber, os mercados nacional e mundial apresentam uma demanda crescente por alimentos saudáveis. Para isso, as empresas do gênero alimentício buscam desenvolver produtos com teores reduzidos de gordura e de açúcares, preferencialmente confeccionados com ingredientes naturais, sem que haja perda de qualidade em relação ao produto original. Paralelamente, cresce também a busca por alimentos funcionais que, ao mesmo tempo em que agradam o paladar, fornecem

benefícios à saúde. A inulina é um ingrediente natural e funcional, que, além de beneficiar o sistema gastrointestinal, ainda pode ser aplicado como substituto do açúcar ou da gordura com baixo valor calórico.

3.3 CONCENTRAÇÃO POR CONGELAMENTO

Um líquido puro pode estar em equilíbrio com a sua fase sólida somente a uma temperatura: o ponto de congelamento. O congelamento ocorre a uma temperatura controlada por sua composição (MAHMUTOGLU & ESIN, 1996).

Como procedimento de congelamento, a parte congelada rejeita alguns dos solutos antes da interface sólido-líquido, de forma a aumentar a concentração local do soluto acima do nível inicial na fase líquida.

Nos experimentos realizados por MAHMUTOGLU & ESIN (1996) com suco de cenoura, a separação do soluto se faz possível pelo fato de a fração de soluto na fase sólida ser diferente daquela na fase líquida, no equilíbrio.

De acordo com DESHPANDE, BOLIN, SALUNKHE (1982), os processos de concentração para sucos de frutas podem ser amplamente classificados de acordo com a forma de remoção de água, ou seja, se ela envolve ou não uma mudança de fase. Os processos que envolvem mudança de fase incluem: evaporação e destilação, perevaporação e cristalização ou congelamento.

Segundo Karel (1975) citado por DESHPANDE, BOLIN, SALUNKHE (1982), a concentração por congelamento envolve a concentração de suco fresco por congelamento parcial e separação dos cristais puros resultantes preferencialmente por centrifugação da massa de suco congelada. Esse concentrado possui uma parte substancial dos açúcares do suco fresco e ainda praticamente todo o seu *flavor* volátil.

A separação por congelamento é baseada no equilíbrio entre as fases sólida e líquida e a solução a ser concentrada é considerada como um componente único.

MAHMUTOGLU & ESIN (1996) determinaram o coeficiente de distribuição de fases na interface líquido-sólido para suco de cenoura congelado, a quatro diferentes temperaturas de congelamento entre -6,5 e -14,2°C. Seus experimentos mostraram independência entre o coeficiente e a temperatura de congelamento.

3.4 REOLOGIA

3.4.1 Importância e definições

O conhecimento do comportamento reológico de produtos alimentícios é essencial para várias aplicações, tais como projetos e avaliação de processos, controle de qualidade, correlação com a avaliação sensorial e compreensão de estrutura (RAO, 1977 e RAO, 1986).

Pode-se definir reologia, genericamente, como o estudo da deformação da matéria, ou ainda, o estudo da mobilidade dos fluidos. A reologia dos fluidos é estudada principalmente através da medida da viscosidade (PARK & LEITE, 2001).

Em materiais sólidos, a propriedade de maior interesse é a elasticidade e, em líquidos, a viscosidade. A viscosidade de um material pode ser definida como a propriedade física dos fluidos que caracteriza a sua resistência ao escoamento (PARK & LEITE, 2001).

3.4.2 Estudos reológicos

3.4.2.1 *Fluidos newtonianos*

De uma maneira geral, é possível classificar o comportamento reológico dos materiais através de dois extremos idealizados: sólidos perfeitos (hookeanos) e fluidos perfeitos (newtonianos). No primeiro caso, a tensão gerada pela resistência à deformação é diretamente proporcional à magnitude da deformação, mas é independente da taxa em que a deformação é aplicada. No outro extremo, a resistência de um fluido newtoniano para o movimento imposto é diretamente proporcional à taxa de movimento, mas é independente da magnitude da deformação (isto é, o fluxo continua indefinidamente enquanto a tensão é mantida).

Enquanto os sólidos ideais se deformam elasticamente e a energia de deformação é completamente recuperada quando cessa o estado de tensão, fluidos ideais escoam, ou seja, se deformam de forma irreversível e a energia de deformação é dissipada na forma de calor. Dessa forma, em fluidos, a energia de deformação não é recuperada após o alívio da tensão (PASQUEL, 1999).

O que caracteriza a resistência ao fluxo é a viscosidade do líquido, que é denotada por μ , conforme ilustra a equação (1) (MORRIS, 1995).

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

Não existem, naturalmente, fluidos perfeitos, mas tão-somente fluidos cujo comportamento se aproxima do newtoniano, como é o caso de líquidos puros, soluções verdadeiras diluídas e poucos sistemas coloidais.

Aqueles fluidos cujo comportamento difere do perfeito são chamados de fluidos não-newtonianos.

3.4.2.2 Fluidos não-newtonianos

Enquanto os fluidos newtonianos, em um gráfico de tensão *versus* taxa de deformação, se comportam segundo uma reta passando pela origem, fluidos não-newtonianos se comportam de maneira diferente. Todos os fluidos cujo comportamento não pode ser descrito pela equação (1) podem ser chamados de não-newtonianos. Esses, por sua vez, podem ser classificados como dependentes ou independentes do tempo (RAO, 1977 e RAO, 1986). O coeficiente de viscosidade (μ) para esses fluidos não ideais é chamado de viscosidade aparente (η).

Define-se a viscosidade aparente (η) como a viscosidade dependente da taxa de deformação (ou gradiente de velocidade), de acordo com a equação (2)

$$\tau = \eta \dot{\gamma} \quad (2)$$

Os fluidos não-newtonianos com comportamento reológico independente do tempo, sob condições de temperatura e composição constantes, apresentam viscosidade aparente dependente unicamente da taxa de deformação ou da tensão de cisalhamento. Para o caso de fluidos com comportamento dependente do tempo, a viscosidade aparente também depende da duração dessa taxa de deformação.

3.4.3 Classificação geral do comportamento reológico

A Figura 6 ilustra a classificação geral do comportamento reológico de fluidos:

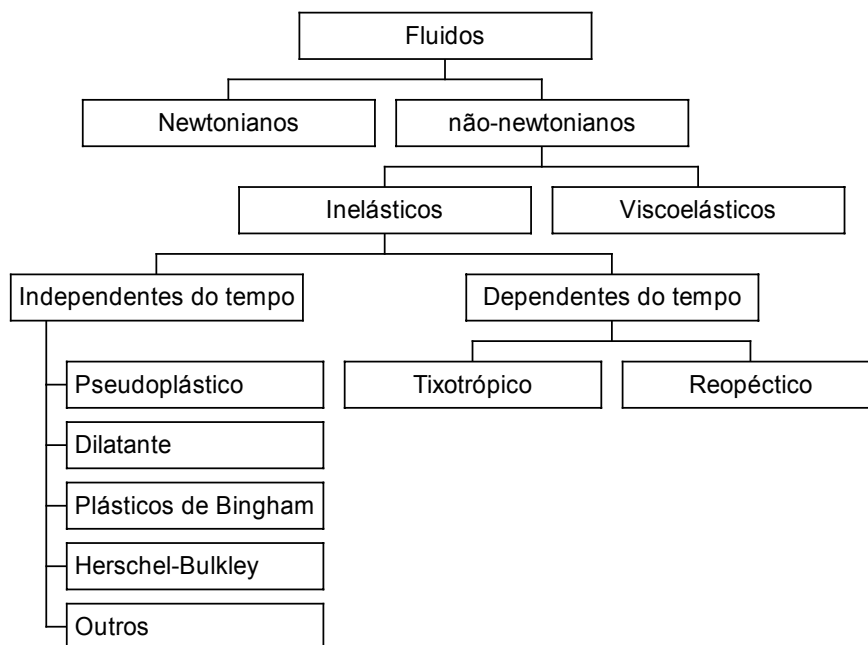


Figura 6 – Classificação do comportamento reológico

Pode-se descrever os fluidos não-newtonianos viscoelásticos com aqueles que apresentam, simultaneamente, propriedades de fluidos (viscosas) e de sólidos (elásticas), sendo que as propriedades viscosas podem ser não-newtonianas e dependentes do tempo. As propriedades elásticas, por sua vez, manifestam-se através da presença de tensões perpendiculares à direção de cisalhamento com magnitude diferente daquelas apresentadas pelas tensões paralelas à direção de cisalhamento (TORREST, 1982).

3.4.3.1 Fluidos não-newtonianos com comportamento reológico independente do tempo

Plásticos de Bingham: fluidos com comportamento independente do tempo, caracterizam-se por apresentar uma tensão inicial, a partir da qual o fluido apresenta uma relação linear entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação.

Fluidos pseudoplásticos: são aqueles que apresentam comportamento reológico independente do tempo, sem tensão residual, e que começam a escoar sob a ação de tensões de cisalhamento infinitesimais. Para esse tipo de fluido, observa-se um decréscimo na viscosidade aparente com o aumento da taxa de deformação. Em alguns casos, observa-se a presença de uma tensão inicial a partir da qual o comportamento reológico passa a ser semelhante ao dos pseudoplásticos.

Os pseudoplásticos representam a maior parte dos fluidos que apresenta comportamento não-newtoniano. De acordo com VIDAL-BEZERRA (2000), esse comportamento pode ser explicado pela modificação da estrutura de cadeias longas de moléculas com o aumento do gradiente de velocidade. Essas cadeias tendem a se alinhar paralelamente às linhas de corrente, diminuindo a resistência ao escoamento. Os produtos que se comportam como fluidos pseudoplásticos tendem a apresentar um comportamento newtoniano a grandes gradientes de velocidade, provocado pelo total alinhamento molecular. Por outro lado, a baixas taxas de deformação, a distribuição completamente casual das partículas também induz a esse tipo de comportamento.

Fluidos Dilatantes: também de comportamento reológico independente do tempo, esses fluidos caracterizam-se por apresentar um aumento na viscosidade aparente com o aumento da taxa de deformação. Analogamente ao mencionado para os pseudoplásticos, em alguns casos é possível observar a presença de uma tensão inicial, a partir da qual o fluido começa a escoar, apresentando comportamento análogo ao dos fluidos dilatantes.

A Figura 7 ilustra os diferentes tipos de comportamento reológico para fluidos não-newtonianos independentes do tempo.

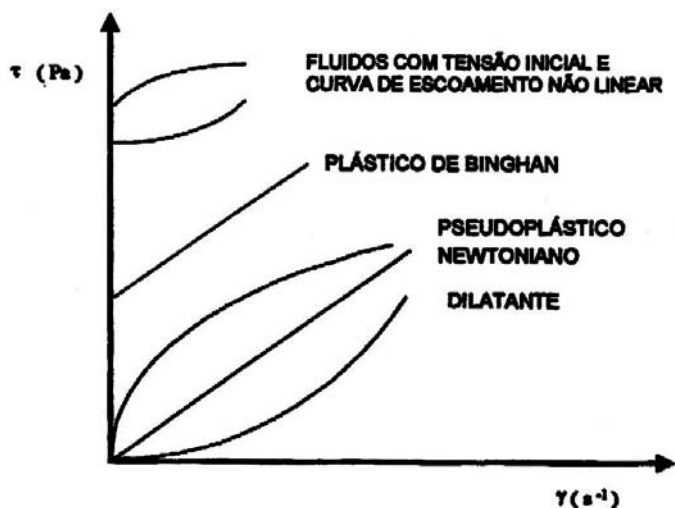


Figura 7 – Reogramas típicos de vários tipos de fluidos com comportamento reológico independente do tempo

3.4.3.2 Fluidos não-newtonianos com comportamento reológico dependente do tempo

A dependência do tempo em fluidos não-newtonianos é observada com certa frequência. Como se poderia esperar, o tempo, variável adicional, condiciona a análise. Um indicio do comportamento reológico dependente do tempo de um fluido é a observação da chamada **curva de histerese**.

Para que seja possível verificar se o fluido apresenta ou não viscosidade aparente dependente do tempo, deve ser realizado um estudo reológico onde a substância em análise deve ser submetida a um aumento na variação de tensão (ida) e, quando essa atingir um valor máximo, ser reduzida até retornar ao valor inicial (volta). Se a substância não apresenta comportamento reológico dependente do tempo, as curvas de tensão *versus* taxa de deformação obtidas (ida e volta) devem ser coincidentes. Entretanto, se a viscosidade aparente muda com o tempo, as curvas de ida e volta não seguem o mesmo caminho, formando uma **histerese**.

As curvas típicas de tensão por taxa de deformação dos fluidos que apresentam comportamento reológico dependente do tempo podem ser observadas na Figura 8.

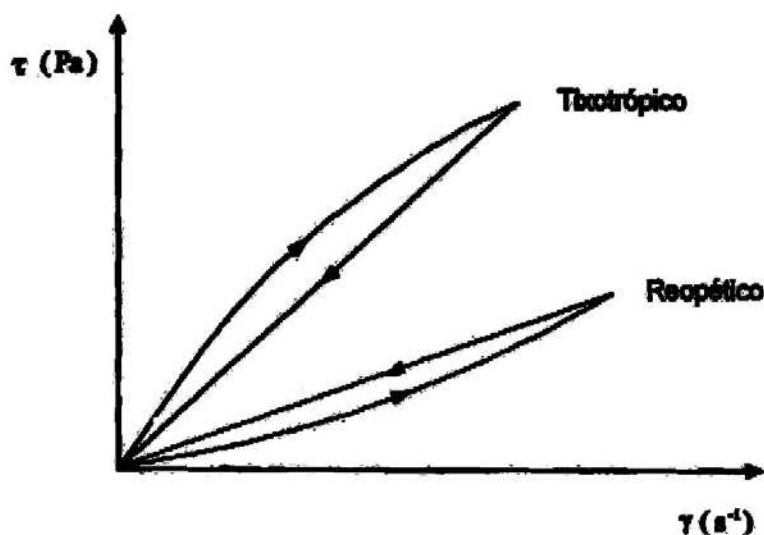


Figura 8 – Reogramas típicos de vários tipos de fluidos com comportamento reológico dependente do tempo

Fluidos Tixotrópicos: caracterizam-se por apresentar um decréscimo na viscosidade aparente com o tempo de aplicação da tensão. No entanto, após o repouso, tendem a retornar à condição inicial de viscosidade. O comportamento tixotrópico é encontrado em produtos como tinta, catchup, pastas de frutas, etc. Após o repouso, os fluidos tixotrópicos retornam à condição original.

Fluidos Reopéticos: caracterizam-se por apresentar um acréscimo na viscosidade aparente com o aumento da taxa de deformação. Assim como os fluidos tixotrópicos, após o repouso, o fluido tende a retornar ao seu comportamento reológico inicial.

Pode-se citar como exemplo de fluidos reopéticos as suspensões de amido e de bentonite, além de alguns tipos de sóis. No entanto, esse tipo de comportamento não é muito comum em alimentos.

3.4.4 Modelos reológicos

A descrição do comportamento reológico dos materiais é feita através de modelos que relacionam a tensão de cisalhamento com a taxa de deformação (reogramas). De acordo com BRANCO (1995), os modelos reológicos podem relacionar as propriedades reológicas de um fluido com grandezas práticas como concentração, temperatura, índice de maturação, etc. Esse conhecimento é indispensável no controle de qualidade, no controle intermediário em linhas de produção, no projeto e dimensionamento dos processos. Para fluidos não-newtonianos, os modelos existentes são todos empíricos e representam o ajuste mais conveniente do reograma correspondente ao produto analisado.

Dentre os modelos matemáticos existentes, alguns dos mais aplicados para sistemas de alimentos são: Ostwald-De-Waele (Lei da Potência), Casson e Herschel-Bulkley.

Modelo de Ostwald-de Waele (Lei da Potência):

A equação (3) representa a chamada Lei da Potência. Para $n = 1$, essa equação se reduz à lei da viscosidade de Newton com $K = \mu$. Assim, o desvio de “n” da unidade indica o grau de desvio newtoniano. Para valores de “n” menores que a unidade, o comportamento é dito **pseudoplástico** e, para “n” maior que a unidade, o comportamento é dito **dilatante**.

$$\tau = K \dot{\gamma}^n \quad (3)$$

Modelo de Herschel-Bulkley:

Esse modelo é uma forma modificada do modelo proposto por Ostwald-De-Waele, conforme ilustra a equação (4). Como é possível observar, esse modelo difere da Lei da Potência apenas pela existência de uma tensão inicial, a partir da qual o fluido começa a escoar.

$$\tau - \tau_{0H} = K_H \dot{\gamma}^{n_H} \quad (4)$$

Modelo de Casson:

Esse modelo, assim como o de Herschel-Bulkley, caracteriza-se pela existência de uma tensão inicial, a partir da qual o material começa a escoar. CASSON (1959) descreveu esse modelo para uma suspensão de partículas interagindo num meio newtoniano, obtendo expressão matemática correspondente à equação (5).

$$\tau^{1/2} = \tau_{0C} + K_C \dot{\gamma}^{1/2} \quad (5)$$

Esse modelo tem sido adotado como método oficial para interpretar o comportamento do chocolate pelo “International Office of Cocoa and Chocolate” (RAO & RIZVI, 1986).

3.4.5 Reologia em sistemas de alimentos

O conhecimento da viscosidade de produtos alimentícios é de fundamental importância por se tratar de uma propriedade que influencia o desenvolvimento do processo de produção, bem como o de aceitação pelo mercado consumidor. As características reológicas de sistemas de alimentos, bem como a explicação das mudanças que se produzem no fluxo durante determinadas operações do processo, requerem o conhecimento da interferência que as características físicas, químicas e estruturais do produto têm no comportamento reológico.

QUEIROZ (1998) relata que os últimos estudos em reologia de sucos de frutas referem-se à busca pelos principais elementos que respondem pelo comportamento reológico de tais produtos. Esses elementos são: temperatura, concentração de sólidos solúveis e o teor de pectinas. A influência dos sólidos insolúveis na reologia de sucos de frutas tem sido muito estudada, constatando-se que a presença de tais sólidos, em geral, resulta em um comportamento reológico pseudoplástico.

De acordo com PELEGRINE (1999), o aumento da temperatura reduz a viscosidade da fase líquida da solução e aumenta o movimento das partículas em suspensão, reduzindo a viscosidade em polpas de frutas. Diversos autores, estudando o comportamento reológico de sucos de frutas, verificaram essa tendência de redução da viscosidade aparente com o aumento da temperatura (GINNER et al., 1996; IBARZ & PAGÁN, 1987; SAENZ & COSTELL, 1986; VARSHNEY & KUMBAR, 1978).

Utilizando a lei da potência, HASSAN & HOBANI (1998) apresentam estudo do comportamento do extrato de “Roselle” (*Hibiscus esculentus* L.) com a concentração variando de 5 a 65% para a temperatura de 20 a 60 °C e variação da deformação de 2,5 a 979 s⁻¹, obtendo a tensão de

cisalhamento de 0,5 a 49,7 Pa que correspondem valores de viscosidade aparente de 0,0015 a 1,55 Pa s. O comportamento exibido foi de pseudoplástico com índice reológico de 0,76 a 0,97.

NDJOUENKEU, GOYCOOLEA, MORRIS (1996) trabalhando com quiabo (*Hibiscus esculentus* L) e “dika nut” (*Irvingia gabonensis*), trataram os dados reológicos em função da viscosidade aparente determinando inclusive a variação da “viscosidade específica” à tensão zero.

DUNSTAN et al. (1995) apresentam estudo reológico de vários polissacarídeos obtidos através da fermentação das plantas e obtiveram o comportamento das deformações com forte dependência do pH e da temperatura.

A teoria e aplicação industrial da reologia de polissacarídeos são apresentadas no livro de LAPSIN & PRICL (1995).

NOGUEIRA (2001) estudou o comportamento reológico de suspensões preparadas a partir de extrato líquido de inulina de raízes de chicória combinado com agentes encapsulantes a diferentes concentrações. Os reogramas obtidos pela autora foram ajustados de acordo com o modelo de Ostwald-De-Waele, sendo que todas as substâncias apresentaram um comportamento pseudoplástico, com índice de comportamento variando entre 0,42 a 0,97, sendo que os maiores valores correspondem às amostras mais concentradas.

3.5 SECAGEM EM *SPRAY DRYER*

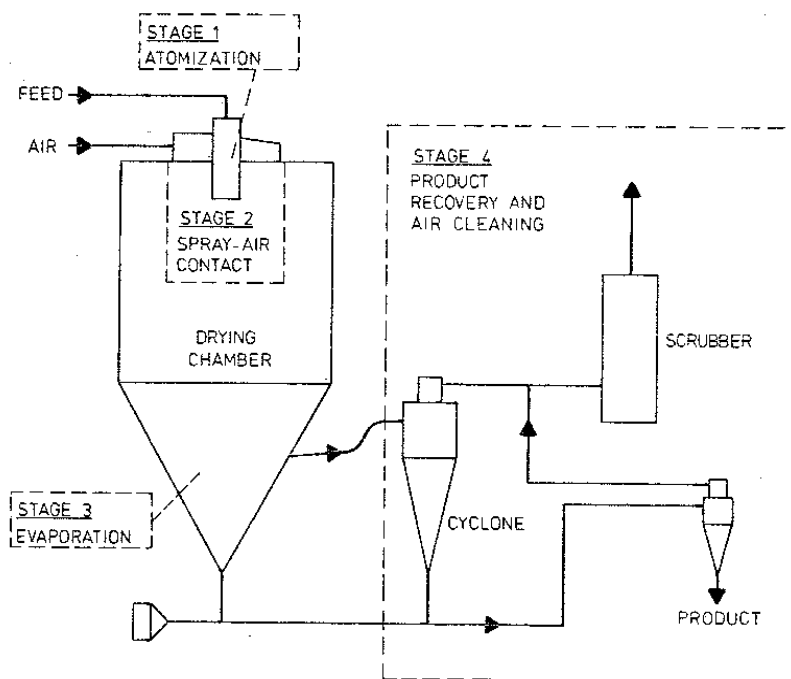
A secagem pode ser definida por um processo de remoção de umidade de um material por evaporação, através dos processos simultâneos de transferência de calor e massa.

MASTERS (1979) define a secagem por atomização (*spray drying*) como a transformação de um produto no estado fluido para o estado sólido em forma de pó, através da dispersão de gotículas do material dentro de uma câmara, contatando com ar aquecido. De acordo com o autor, o termo atomização relacionado a *spray drying* deve-se à divisão do líquido em milhões de partículas individuais formando uma nuvem ou *spray*. A secagem de 1m³ de líquido origina aproximadamente 2x10¹² partículas uniformes de diâmetro 100 µm, equivalente a uma área superficial de 60.000 m². Durante o contato *spray*-ar, as partículas encontram o ar quente ocorrendo um processo rápido de evaporação a partir da superfície das partículas. O controle da umidade ocorre através da regulação dos parâmetros de processo, como o fluxo e a temperatura.

O material a ser desidratado pode estar na forma de solução, suspensão ou pasta, resultando em partículas isoladas, grânulos ou aglomerados. As características do material obtido ao final da secagem

estão relacionadas às propriedades físicas e químicas do material utilizado para alimentação do secador, bem como aos parâmetros operacionais adotados durante a secagem e ao do projeto do secador .

A secagem por atomização é um processo através do qual muitas indústrias conseguem especificações mais adequadas para diferentes aplicações de seus produtos, permitindo obter produtos na forma final ou intermediária de utilização. A Figura 9 apresenta as etapas envolvidas na secagem por atomização.



Fonte: MASTERS (1979)

Figura 9 – Esquema de funcionamento do *spray dryer*

A qualidade dos produtos obtidos por atomização depende das características do atomizador e da transferência de calor e massa entre o ar aquecido e as gotículas da câmara de secagem. O líquido é disperso utilizando-se alta pressão ou força centrífuga, para aumentar a área superficial e expor as gotículas de pequeno diâmetro ao ar de secagem a altas temperaturas. O tamanho das partículas do líquido atomizado situa-se ao redor de 10 a 200 μ m e o tempo de secagem é de 5 a 30 segundos (FURUTA, HAYASHI, OHASHI, 1994).

NONHEBEL & MOSS (1971) citam tamanho de partículas na faixa de 1 a 300 μ m e mencionam que, quando o produto está na forma de esferas ocas, a densidade é baixa. FURUTA, HAYASHI, OHASHI (1994) afirmam que o incremento na área superficial do material a ser atomizado aumenta

com o aumento da velocidade de secagem; o diâmetro das partículas desidratadas em *spray dryer* é afetado pelas condições de secagem.

Embora a grande maioria dos casos empregue aquecimento do ar atmosférico para remover a umidade de cada partícula do *spray*, existem casos em que algumas variações do conceito básico de *spray drying* podem ser necessárias, dependendo do interesse e produto desejado:

- *Low-temperature spray drying* - o meio de secagem deve ser previamente desumidificado e então aquecido a temperaturas acima da atmosférica;
- *Foam spray drying* - envolve a introdução de um tipo de gás na alimentação, antes da atomização para produzir partículas especiais contendo vacúolos, tal que se produza baixa densidade;
- *Spray freeze drying* - consiste em fazer o *spray* do produto em um ar gelado, e conseqüentemente as gotículas se tornarão individualmente congeladas para que subseqüentemente a umidade seja removida por sublimação sob vácuo;
- *Spray cooling* - neste caso a temperatura do ar deve apenas permitir a solidificação das gotículas do *spray*.

3.5.1 Parâmetros que influenciam o processo

A atomização é resultante da aplicação de uma energia, de forma a agir sobre o líquido, até o ponto que ocorre o seu rompimento e desintegração criando um *spray* de gotículas. Esta nuvem ou *spray*, entra em contato com o ar quente a elevadas temperaturas, onde ocorre a secagem, resultando na coleta do produto em pó.

Existem diferentes técnicas de atomização concebidas a partir de diferentes formas de energia aplicadas sobre o líquido, sendo comum em todos os atomizadores o uso de energia para romper o líquido. A classificação dos atomizadores está relacionada às energias centrífuga, devido à pressão e cinética. Existem também os atomizadores ultrassônicos e vibratórios, porém, são menos comuns.

DUFFIE & MARSHALL, Jr. (1953), com o objetivo de verificar os fatores que influenciam as propriedades de materiais em *spray dryer*, escolheram um atomizador de bico para produzir um fluxo vertical de gotas caindo co-corrente com o ar de secagem. Neste estudo, os autores relatam o pioneirismo de Lorde Rayleigh (1878) em postular matematicamente o fenômeno de ruptura de líquidos em bicos, citando, como principal causa, a instabilidade provocada basicamente pelas forças

de tensão superficial dos jatos de líquido descarregados no ar, onde a predição do tamanho da gota resultante da ruptura do jato pode ser expressa de acordo com a equação (6):

$$d_g = 1,9 d_b \quad (6)$$

As variáveis que DUFFIE & MARSHALL, Jr. (1953) preconizam como aquelas que afetam as propriedades de produtos obtidos em *spray dryer* são:

- Variações na concentração de alimentação;
- Variações na temperatura de alimentação;
- Variações na temperatura do ar;
- Variações nos métodos e condições de atomização;
- Diferenças nas propriedades físicas e químicas do material de alimentação.

Como propriedades dos produtos devem ser avaliadas:

- Densidade aparente;
- Volume aparente;
- Tamanho da partícula e distribuição (incluindo finos);
- Friabilidade da partícula ou resistência à ruptura;
- Conteúdo de umidade;
- Dispersibilidade ou tendência a aglomerar;
- Retenção da qualidade desejada ao produto (como aroma, valor alimentício, cor, reconstituibilidade, etc)

MASTERS (1979), reporta a relação do tamanho das gotículas e variáveis operacionais de atomizadores centrífugos, conforme mostra o Quadro 2.

Quadro 2 – Relação entre padrão de tamanho de gotículas e variáveis de operação (atomizadores centrífugos)

Diâmetro	Variável de operação	Efeito observado
d	N^{-p}	Aumento de N, diminui d
d	F^q	Aumento de F, aumenta d
d	μ_{al}^r	Aumento da μ_{al} , aumenta d
d	σ^s	Aumento da σ , aumenta d
d	ρ_{al}^t	Aumento de ρ_{al} , aumenta d
d	d_d^{-u}	Aumenta d_d , diminui d

Fonte: adaptado de MASTERS (1979)

MASTERS (1979) cita equações empíricas para estimar a média do tamanho das gotículas, relatando a existência de grande diferença entre os valores teóricos e os valores experimentais (de um modo geral, os valores teóricos são maiores), demonstrando a possibilidade da não-representatividade da amostra, devido à formação de finos, partículas muito grandes, perdas por deposição, atrito, etc.

Dependendo do tipo de atomizador utilizado no processo de secagem em *spray dryer*, a estimativa do tamanho das partículas segue princípios teóricos específicos relativos a cada um, devido à geometria do atomizador, formação do *spray* e consequente área superficial das gotículas.

FURUTA, HAYASHI, OHASHI (1994), propõem a equação (7) (obtida por Turner e Moulton, 1953) para a estimativa do diâmetro médio da partícula (d_p), para atomizadores de bico de pressão:

$$d_p = 10,94 d_o^{1,52} Q^{-0,44} \sigma^{0,7} \mu_1^{0,16} \quad (7)$$

Para atomizadores de bicos de dois fluidos, MASTERS (1979) relata que a desintegração do líquido na presença de fluxo gasoso envolve uma situação complexa de instabilidade do líquido, onde se podem distinguir duas fases: na primeira, ocorre uma rápida ruptura do líquido em filamentos e gotas grandes e, na segunda fase, a atomização é completada pela quebra desta forma de líquido em gotas bem menores. O processo global é influenciado pela magnitude das propriedades do líquido: tensão superficial, densidade e viscosidade e as propriedades do fluxo de gás, velocidade e densidade. Este fluxo de gás geralmente inclui o ar ou vapor. Nesse sistema, a desintegração do líquido é tão rápida e efetiva que o *spray* de gotas de pequeno padrão de tamanho são formadas, tanto na manipulação de líquidos de baixa como de alta viscosidade.

O desenvolvimento de projetos visa o estudo das técnicas para produzir condições ótimas de atomização pelo contato líquido-ar. Em todos os casos ocorre a formação de um pré-filme do líquido no orifício do bico e no anel de ar para adquirir velocidade ótima relativa entre o ar e o líquido no orifício ar-bico. Este sistema é interessante para líquidos de alta viscosidade, obtendo-se um pré-filme bem uniforme de líquido em contato com o ar, ou para líquidos de baixa viscosidade, formando um *spray* de gotículas de elevada área superficial. A estimativa do tamanho da partícula neste caso, Equação (8), é sugerida por MASTERS (1979), como:

$$d_p = \left[\frac{A}{\left(v_{rel}^2 \rho_a \right)^\alpha} \right] + B \left(\frac{M_{ar}}{M_l} \right)^{-\beta} \quad (8)$$

O Quadro 3 apresenta um resumo da influência das variáveis operacionais e propriedades do ar no diâmetro das partículas, na atomização por bico de dois fluídos.

Quadro 3 – Relação entre diâmetro (d_p) (padrão de tamanho), variáveis de operação e propriedades do ar (atomizadores de bico de dois fluídos)

Variável de operação	Efeito observado
$(M_{ar} / M_l)^*$	Aumento de M_{ar} / M_l , diminui d_p
v_{rel}	Aumento de v_{rel} , diminui d_p
μ	Aumento de μ , aumenta d_p
$(\rho_a)^{**}$	Aumento de ρ_a , diminui d_p

Fonte: adaptado de MASTERS (1979).

* Valores situam-se entre 0,1 e 10. Para valores abaixo de 0,1, a atomização se desintegra rapidamente; para valores acima de 10, a atomização ocorre com excesso de energia, sem diminuir o tamanho das gotas.

** considerando velocidade do ar constante

3.6 MICROENCAPSULAÇÃO POR *SPRAY DRYING*

ROSENBERG, KOPELMAN, TALMON (1990) definem a microencapsulação como uma tecnologia de empacotamento, através da qual pequenas gotas de um líquido ou partículas sólidas são “empacotadas” em cascas contínuas e individuais, as quais têm a função de proteger o material encapsulado de fatores que possam vir a causar a sua deterioração, tais como oxigênio, luz ou umidade.

De acordo com RISCH (1995), o material que forma a cobertura é freqüentemente descrito como material de parede, casca, “carrier”, membrana ou cobertura. Já o material que é envolto ou disperso pode ser chamado de material de preenchimento, recheio, ativo ou ainda fase interna.

Existem diversas utilidades para o processo de microencapsulação, tais como: manusear líquidos como sólidos, separar componentes numa mistura de sólidos, reduzir a volatilidade do material, proporcionar a proteção do ambiente aos componentes do núcleo, alterar as propriedades da superfície, controlar a liberação dos componentes e mascarar o sabor amargo de alguns compostos (BAKAN, 1973).

KING (1995) difere o processo de encapsulação do processo de aprisionamento. Segundo o autor, o processo de encapsulação refere-se à formação de uma camada fina e contínua pelo material encapsulante, ao redor do material ativo (partículas sólidas, gotículas líquidas ou células gasosas), como se fosse uma parede ao redor do núcleo (cápsulas do tipo “reservoir”). O processo de aprisionamento, por sua vez, está associado à distribuição das partículas de material ativo no interior de uma matriz formada pelo agente encapsulante. No caso do processo de aprisionamento, existe uma pequena porcentagem de material ativo atuando como material de superfície, o que não acontece no processo de encapsulação.

A classificação em relação ao tamanho é estabelecida por KING (1995) da seguinte maneira:

- Nanocápsulas – tamanho menor que 0,2 μm ;
- Microcápsulas – 0,2 a 5.000 μm ;
- Macrocápsulas – tamanho maior que 5.000 μm .

Existem diversos processos que podem ser empregados na produção de microcápsulas:

- Processos físico-químicos: coacervação simples ou complexa (separação de fase aquosa), evaporação emulsão-solvente (separação de fase orgânica), emulsão-solidificação, *entrapment* (aprisionamento) por lipossomas.
- Processos químicos: polimerização interfacial, inclusão molecular.
- Processos físicos: *spray drying*, *spray coating*, extrusão, etc.

A escolha do processo de microencapsulação é baseada em aplicações específicas e parâmetros como: tamanho de partícula desejado, propriedades físico-químicas do núcleo e material de revestimento das paredes, aplicações do material microencapsulado, mecanismos de liberação controlada, escala de fabricação e custo de processo viável.

Dentre as técnicas existentes, a de secagem por atomização (*spray drying*) é a mais utilizada. (DZIEZAK, 1988; RISCH, 1995; SHAHIDI & HAN, 1993). De acordo com RISCH (1995), essa ainda é a técnica de microencapsulação mais econômica e mais utilizada, uma vez que o equipamento necessário é de fácil acesso e os custos de produção são baixos quando comparados aos das outras técnicas de microencapsulação. Além disso, o método geralmente proporciona microcápsulas com boa proteção ao material de preenchimento e se adapta bem a uma série de materiais de parede.

De um modo geral, as microcápsulas produzidas por *spray dryer* são do tipo matriz, onde o material ativo está como micropartículas distribuído dentro de uma matriz sólida (KING, 1995).

Os parâmetros adotados durante o processo de atomização possuem um efeito significativo sobre as características dos pós resultantes, como, por exemplo, na distribuição do tamanho das partículas, entretanto, de uma maneira geral, a secagem por atomização tipicamente resulta em microcápsulas menores que 100 μm de tamanho (KING, 1995).

As propriedades físicas das microcápsulas estão relacionadas com a temperatura do ar de secagem, que pode variar entre 150 e 400°C; com o grau e a uniformidade da nebulização; com o teor de sólidos da suspensão e com a temperatura da emulsão (REINECCIUS, 1988).

De acordo com JACKSON & LEE (1991), a secagem por atomização é utilizada para produtos sensíveis ao calor, uma vez que a secagem é muito rápida e o núcleo não atinge temperaturas superiores a 100°C.

Uma das principais desvantagens apresentadas pela técnica de secagem por atomização é a produção de um pó muito fino, o qual requer um processamento posterior, tal como, por exemplo, a aglomeração, com a finalidade de torná-lo mais solúvel em caso de aplicação líquida (ROSENBERG, KOPELMAN, TALMON, 1990). Outro inconveniente é a perda de material ativo cujo ponto de ebulição seja baixo e a oxidação de alguns compostos aromáticos (JACKSON & LEE, 1991).

A preparação da dispersão ou emulsão a ser processada por *spray dryer* envolve os seguintes passos básicos (DZIEZAK, 1988; SHAHIDI & HAN, 1993):

- Preparo de uma solução contendo o material ativo (core);
- Seleção da matriz (material de parede) de acordo com a aplicação final, onde o material ativo é geralmente insolúvel ou imiscível;
- Adição do core à solução com material de parede, com agitação para homogeneizar e resultar em uma dispersão ou emulsão, que será a alimentação do atomizador do *spray dryer*;

- Nebulização dessa suspensão em uma câmara de secagem com ar quente circulando (*spray drying*);
- Evaporação da umidade das gotas quando em contato com o ar quente, recuperando-se o produto em pó, que constitui o material microencapsulado.

De acordo com ROSENBERG, KOPELMAN, TALMON (1990), uma microencapsulação bem sucedida, capaz de atender aos objetivos a que foi proposta, está relacionada à escolha correta do material de parede e da técnica de microencapsulação para os diferentes materiais de preenchimento, assim como na compreensão de como o material de preenchimento está organizado e distribuído no interior das microcápsulas. Também é importante conhecer como as condições ambientais interferem na estrutura e no comportamento de sistemas de microcápsulas.

A microencapsulação por *spray dryer* será considerada de sucesso se atingir uma elevada retenção do material ativo durante o processamento e armazenamento.

3.7 MATERIAL DE PAREDE

O passo inicial para a encapsulação de ingredientes alimentícios é a seleção de um material de cobertura adequado. Esse material pode ser chamado de material de parede, material de cobertura, agente encapsulante, casca ou ainda matriz encapsulante (DZIEZAK, 1988; SHAHIDI & HAN, 1993; JACKSON & LEE, 1991).

A escolha do material de parede depende das propriedades físicas e químicas do material ativo, dos processos utilizados para formar as microcápsulas e das propriedades desejadas nas microcápsulas. A espessura da parede pode ser controlada para alterar a permeabilidade e estabilidade das microcápsulas. O conteúdo das microcápsulas pode ser liberado através de métodos mecânicos, como por exemplo a mastigação, fusão por exposição ao calor ou solubilização quando colocados em solventes (JACKSON & LEE, 1991).

O encapsulante representa, em geral, de 1 a 70% do peso da microcápsula, podendo apresentar uma espessura de até 200 µm. Essa espessura pode ser manipulada de modo a promover alteração na permeabilidade e estabilidade da microcápsula (BAKAN, 1973 e SPARKS, 1985).

De acordo com SHAHIDI & HAN (1993), os materiais de parede que são basicamente formadores de filmes protetores podem ser selecionados a partir de uma larga variedade de polímeros

sintéticos ou naturais, dependendo do material a ser encapsulado e das características finais desejadas para as microcápsulas.

Um material de cobertura, para que seja ideal, deve apresentar as seguintes propriedades, dentre outras desejáveis:

- Boas propriedades reológicas a concentrações elevadas (menor que 0,5 Pa.s em concentrações superiores a 45%);
- Fácil manipulação durante o processo de encapsulação;
- Habilidade para dispersar ou emulsificar o material ativo e estabilizar a emulsão produzida;
- Não reatividade com o material a ser encapsulado durante o processo de encapsulação ou durante períodos de armazenagem prolongados.
- Habilidade de reter o material ativo em sua estrutura durante o processamento ou na armazenagem;
- Habilidade de fornecer máxima proteção ao material ativo quando exposto ao ambiente externo (luz, calor e umidade);
- Solubilidade em solventes aceitáveis na indústria alimentícia;
- Não reatividade química com o material encapsulado;
- Ser econômico;
- Apresentar sabor leve.

Porém, na prática, tais propriedades não são encontradas em um único agente encapsulante, de tal forma que são utilizadas combinações desses para que se obtenha condições mais próximas da ideal (SHAHIDI & HAN, 1993).

Os principais encapsulantes geralmente empregados na indústria alimentícia encontram-se no Quadro 4.

Quadro 4 – Principais agentes encapsulantes usados para alimentos

Classe	Encapsulante
Gomas	Goma arábica, alginato de sódio e carragena.
Carboidratos	Amido, dextrina, xarope de milho.
Lipídios	Cera, parafina, triestearina, ácido esteárico, mono e diglicerídios, óleos, gorduras.
Celulose	Carboximetilcelulose, metil e etil celulose, acetil celulose, nitrocelulose.
Proteínas	Glúten, caseína, gelatina e albumina

Fonte: JACKSON & LEE (1991)

Os materiais de parede normalmente empregados em *spray drying* são: goma arábica, amidos modificados e amidos hidrolisados (maltodextrinas). Todos têm o requisito de baixa viscosidade a altas concentrações, sendo que as maltodextrinas não possuem propriedades emulsificantes e, portanto, são normalmente combinadas com outros materiais (REINECCIUS, 1989).

A goma arábica, ou goma de acácia, é um colóide vegetal natural obtido por exudação do tronco ou de ramos de plantas leguminosas da família acácia (THEVENET, 1988). REINECCIUS (1988) destaca a goma arábica por sua excelência na encapsulação de aromas. Trata-se de um excelente emulsificante, com aroma suave, que proporciona boa retenção de voláteis durante a secagem. Porém, suas principais desvantagens estão no custo elevado, associado à baixa disponibilidade e nas limitações na proteção contra oxidação (INGLETT, GELBMAN, REINECCIUS, 1988).

Embora a goma arábica tenha sido historicamente utilizada como material de parede, devido às flutuações no mercado e aumento nos custos, outros materiais têm sido examinados para sua substituição nos processos de microencapsulação por *spray drying*.

Os amidos têm a capacidade de capturar moléculas de aromas, produzindo complexos bastante estáveis (Solms, 1986, citado por SHAHIDI & HAN, 1993). No entanto, os amidos são hidrofílicos, de modo que o amido hidrolisado não oferece propriedades emulsificantes aos ingredientes encapsulados. Para que um amido possa atuar como emulsificante, ele deve conter grupos hidrofílicos e lipofílicos. Os amidos modificados usualmente adotados na encapsulação de alimentos foram quimicamente modificados, de forma a incorporar grupos lipofílicos em suas moléculas (SHAHIDI & HAN, 1993).

Os amidos modificados entraram no mercado para substituir a goma arábica (KING, 1995). Têm excelente propriedade emulsificante proporcionando com eficiência a retenção do material ativo,

podendo ser aplicados em concentrações de até 50%, sem o incremento substancial da viscosidade (REINECCIUS, 1991).

INGLETT, GELBMAN, REINECCIUS (1988) e REINECCIUS (1991) relatam que os amidos modificados têm mostrado excelente retenção de voláteis durante a secagem, além de proporcionarem ótima estabilidade para a emulsão. Porém, fornecem baixa proteção contra a oxidação durante a armazenagem. De acordo com KING & PERRY (1976) os amidos modificados têm capacidade para formar misturas com baixa consistência evitando a aglomeração e formação de película antes da secagem por atomização.

O FDA (Food and Drug Administration) estabelece a fórmula da maltodextrina, amidos obtidos por hidrólise do amido, $(C_6H_{12}O_5)_n$ como um polímero sacarídeo nutritivo não-doce, que consiste de unidades de D-glicose ligadas principalmente a cadeias α 1-4, apresenta-se como um pó branco ou solução concentrada. É definido pela dextrose equivalente (DE) que é medida pelo grau de hidrólise da molécula de amido (KENYON, 1995). SHAHIDI & HAN (1993) e REINECCIUS (1991) classificam as maltodextrinas como amidos parcialmente hidrolisados com DE inferior a 20.

As maltodextrinas com DE baixo possuem baixa higroscopicidade. Materiais encapsulados com estes produtos resultam em pós com escoamento livre. O aumento dos sólidos na alimentação do atomizador pode aumentar a eficiência econômica da operação. As soluções com maltodextrinas apresentam baixa viscosidade, excelente solubilidade em água fria e têm a propriedade de facilitar a liberação do material ativo. Aliado a estas propriedades soma-se o baixo custo relativo.

IV MATERIAL E MÉTODOS

4.1 OBTENÇÃO DO EXTRATO LÍQUIDO

4.1.1 Plantio

As raízes de chicória (*Cichorium intybus* L.) foram plantadas no campo experimental da FEAGRI. Foram utilizadas sementes da espécie *Chicorium intybus* var. Fredônia fornecidas pela empresa produtora de sementes SAREA, da Áustria (STEINMAYR, 1996).

O plantio foi realizado no dia 07/04/2000, em uma área de 100 m², utilizando a semeadora manual, conforme ilustra a Figura 10. O período adotado para o cultivo da chicória foi o ciclo do outono por se tratar do período de maior produtividade para as condições climáticas da região FIGUEIRA (2000).



Figura 10 – Plantio das raízes de chicória no campo experimental da Faculdade de Engenharia Agrícola (FEAGRI)/UNICAMP

O espaçamento adotado foi de 50 cm entre linhas e 25 cm entre plantas. Para obtenção do espaçamento entre plantas, o desbaste foi realizado 2 semanas após o plantio. A Figura 11 mostra a chicória na época em que o desbaste começou a ser realizado.



Figura 11 – Visão geral da cultura de chicória; 14 dias após o plantio

4.1.2 Tratos culturais

Os tratos culturais adotados foram:

- Irrigação:
 - Sistema de irrigação: foi montado um sistema de irrigação por aspersão com 6 aspersores, dispostos 3 a 3 nas laterais da área de plantio (Figura 12);
- Manejo: como a finalidade do trabalho não era a de medir a uniformidade, durante as duas semanas posteriores ao plantio, quando as plantas estavam em fase de crescimento e requeriam maior quantidade de água, a irrigação foi realizada diariamente, no final da tarde, durante 20 min. Após as duas semanas iniciais, a irrigação foi realizada de 2 em 2 dias durante 20 min;
- Controle do mato: para controlar o mato que crescia ao longo do terreno, foram realizadas capinas com enxada, conforme se percebia a necessidade.



Figura 12 – Sistema de irrigação implantado para a cultura de chicória no campo experimental da FEAGRI/UNICAMP

4.1.3 Colheita

A colheita foi realizada por partes, de acordo com a capacidade do sistema de extração, de forma a evitar perda de material.

A colheita foi realizada na primavera, antes que ocorresse a floração, pois esse é o período de maior concentração de inulina nas raízes. Após a floração, a inulina presente nas raízes passa a ser quebrada em frutose para ser consumida pela planta, acarretando em um decréscimo na sua concentração.

As raízes utilizadas na obtenção do extrato foram as correspondentes à primeira colheita, realizada em 02/10/2000. Foram colhidas três linhas, equivalendo a 94,5 kg de raiz.

A Figura 13 apresenta uma visão geral da cultura de chicória no campo experimental da FEAGRI, no dia da primeira colheita.



Figura 13 – Visão geral da cultura de chicória no campo experimental da FEAGRI/UNICAMP em 02/10/2000.

A Figura 14 mostra as raízes após a colheita, no instante imediatamente anterior à lavagem.



Figura 14 – Raízes de chicória no instante imediatamente anterior à lavagem

4.1.4 Lavagem das raízes

Após a colheita, separaram-se as folhas das raízes. As raízes foram lavadas com jato d'água pressurizado, com o objetivo de retirar a terra agregada às suas paredes externas, conforme ilustra a Figura 15. O aspecto apresentado pelas raízes após a lavagem pode ser observado na Figura 16.



Figura 15 – Lavagem das raízes de chicória com jato d'água pressurizado.



Figura 16 – Raiz de chicória após lavagem com jato d'água pressurizado

4.1.5 Fatiamento e moagem

Após terem sido lavadas, as raízes foram fatiadas, para que pudessem ser posteriormente moídas. Durante o fatiamento, foram descartadas as partes apodrecidas ou deterioradas, as quais apresentavam a casca escurecida e exalavam odor desagradável.

Depois de fatiadas, as raízes foram moídas na máquina universal polivalente (Ind. Mec. Gelger), disponível na Faculdade de Engenharia de Alimentos. A moagem foi realizada no instante imediatamente anterior à extração.

A Figura 17 ilustra as raízes de chicória fatiadas no instante imediatamente anterior à moagem, dentro do moinho e as raízes de chicória já moídas, imediatamente após a moagem.



Figura 17 – Moagem das raízes de chicória

4.1.6 Extração

A extração foi realizada em tacho encamisado a vapor ICMA, com mecanismo de agitação, disponível no Departamento de Tecnologia de Alimentos, na Faculdade de Engenharia de Alimentos/UNICAMP, conforme ilustra a Figura 18. Ela foi dividida em três partes, de acordo com a capacidade do tacho utilizado.



Figura 18 – Tacho encamisado a vapor, na FEA/UNICAMP

Para extração, adotou-se uma proporção de 1 kg de raiz moída para cada 2 kg de água.

A extração foi realizada a uma temperatura entre 70 e 80°C, com agitação, durante 1 hora. A agitação teve como objetivo homogeneizar a temperatura na mistura.

A temperatura na mistura água/raiz foi monitorada com o uso de um termômetro. Por se tratar de um tacho a vapor, houve dificuldade para se manter a temperatura na mistura em 70°C, conforme era desejado, havendo oscilação da mesma entre 70 e 80°C, chegando a atingir um pico de 94°C durante a primeira parte da extração.

4.1.7 Filtragem

O extrato líquido obtido após a etapa de extração foi filtrado, com objetivo de se remover as partículas de raiz presentes. A filtragem foi efetuada em duas etapas. A primeira teve a função de remover as partículas mais grosseiras e foi realizada em peneira comum. A segunda parte foi realizada em filtro mais fino, semelhante aos coadores de café convencionais, com a finalidade de remover partículas finas dispersas no extrato.

4.1.8 Concentração

A concentração foi realizada no evaporador Flender Himmer, disponível no DTA da FEA/UNICAMP (Figura 19). O extrato filtrado foi levado ao evaporador à temperatura de 70°C, até que se obtivesse a concentração de aproximadamente 24°Brix.



Figura 19 – Evaporador utilizado para concentração do extrato líquido

A concentração foi realizada em três etapas, de acordo com os extratos provenientes da etapa de extração.

Devido à formação de espuma pelo produto durante a etapa de concentração, o que provocou um refluxo no bule e atrapalhou o processo, houve a necessidade de uso de um antiespumante. O antiespumante adotado foi o DC* FG-10 emulsão LSA 00002743 (D'altomare química Ltda), na concentração de 2 ppm. A aplicação de antiespumante foi feita conforme se fez necessária.

4.1.9 Homogeneização

Os extratos concentrados obtidos nas três etapas foram misturados, homogeneizados e levemente aquecidos no tacho, com agitação. O aquecimento teve o propósito de ressuspender o precipitado formado no extrato da parte 1, uma vez que o extrato correspondente a essa parte foi armazenado em câmara fria de um dia para o outro, após a concentração.

O objetivo dessa etapa foi o de obter um extrato único e homogêneo para a composição das amostras.

4.2 OBTENÇÃO DAS FASES SOBRENADANTE E PRECIPITADA

4.2.1 Resfriamento/Congelamento

O extrato final obtido foi dividido em três parcelas equivalentes, as quais foram distribuídas em garrafas plásticas.

As amostras obtidas foram resfriadas ou congeladas, com o objetivo de se obter a separação de fases.

A primeira parcela foi armazenada em geladeira convencional, à temperatura de 8°C. A segunda, em congelador convencional, à temperatura de -11°C e, a terceira, em freezer horizontal, à temperatura de -15°C.

4.2.2 Separação de fases

Amostras resfriadas: para as amostras armazenadas em geladeira, a separação de fases foi realizada 42 horas após o armazenamento. Esse período foi adotado por ser suficiente para que ocorresse uma separação visível sem que ocorresse fermentação da amostra.

Adotou-se o procedimento de separação manual, onde a fase sobrenadante foi cuidadosamente despejada para outro recipiente, sem auxílio de qualquer instrumento. Esse procedimento foi possível devido ao fato de a interface entre as fases ser bastante visível e acentuada.

Amostras congeladas: Para proceder a separação de fases das amostras congeladas, as mesmas foram primeiramente descongeladas a 25°C. Após estarem totalmente descongeladas, as duas fases ainda não se mostravam totalmente separadas, de forma que as amostras foram mantidas por um período de 42 horas sob refrigeração antes da separação de fases. O período adotado foi o mesmo

utilizado para as amostras simplesmente refrigeradas, de forma a eliminar a interferência do fator tempo nas características do extrato final.

A Figura 20 ilustra as diferentes fases do extrato congelado à temperatura de -15°C .



Figura 20 – Fases sobrenadante e precipitada correspondentes ao extrato líquido congelado à temperatura de -15°C

Após a separação de fases, as diferentes fases de cada uma das condições experimentais foram divididas de acordo com a quantidade necessária para cada teste e congeladas para evitar a perda de amostras por fermentação.

4.3 PROCESSO DE OBTENÇÃO DAS DIFERENTES FASES DO EXTRATO LÍQUIDO DE INULINA

A Figura 21 apresenta as etapas envolvidas na obtenção do extrato líquido de inulina e no abaixamento de temperatura.

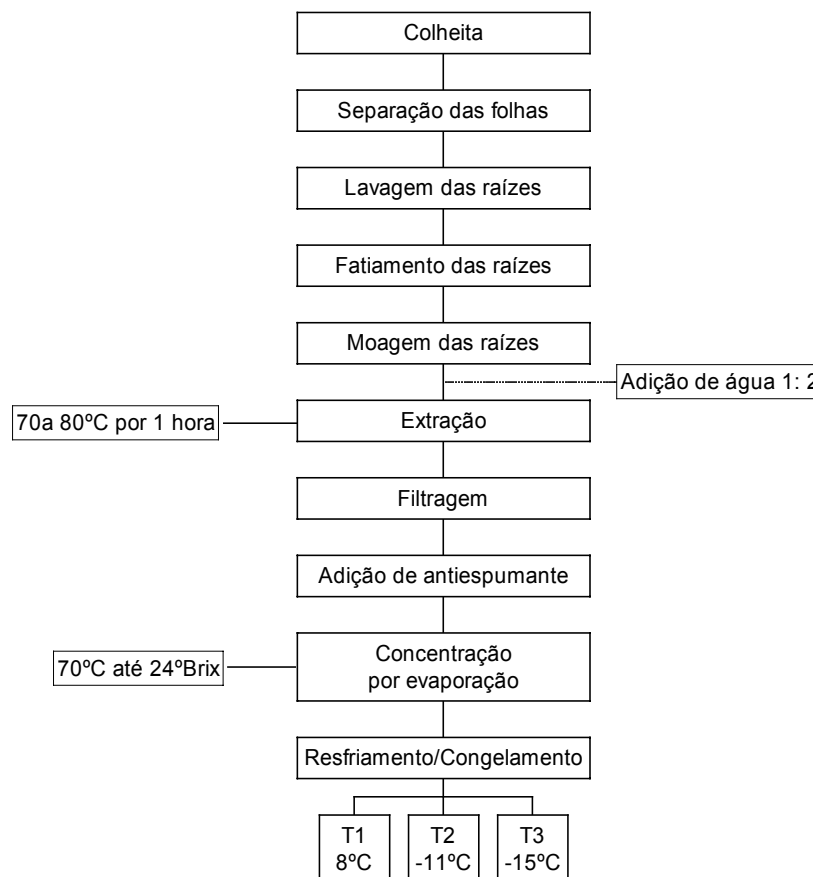


Figura 21 – Processos para obtenção do extrato e separação de fases

4.4 FORMULAÇÃO COM MATERIAL DE PAREDE

A fase precipitada das amostras foi analisada de duas maneiras: pura e formulada. A formulação teve a finalidade de verificar o efeito do uso de técnicas de microencapsulação na obtenção da inulina em pó.

A formulação foi realizada com amido modificado (Dextrina 17) e com amido hidrolisado (Lore malt 2002), fornecidos pela Cia Lorenz do Brasil.

A proporção de material de parede empregada foi de 15%, divididos igualmente entre os dois tipos de amido, valor dentro da faixa recomendada por NOGUEIRA (2001).

A preparação das suspensões foi realizada por simples mistura.

4.5 OBTENÇÃO DO EXTRATO DE RAIZ DE CHICÓRIA EM PÓ

As fases precipitadas obtidas para as diferentes temperaturas de resfriamento foram levadas para secagem por atomização no *spray dryer* laboratorial, marca Büchi, para obtenção do produto em pó (Figura 22).



Figura 22 - Spray dryer laboratorial Büchi

A secagem por atomização foi realizada para cada uma das fases precipitadas em duas condições:

- Fase precipitada pura;
- Fase precipitada formulada com material de parede, conforme as condições descritas no item 4.4.

Durante a secagem, a temperatura de entrada do ar de secagem do *spray* foi monitorada de forma a se manter entre 186 e 193°C. As variações das demais condições de operação, tais como o

fluxo da bomba de alimentação, fluxo de ar do aspirador e o consumo de ar comprimido na entrada do *spray*, estão apresentadas e comentadas no item 5.5.1 dos resultados e discussões.

4.6 ANÁLISE REOLÓGICA

4.6.1 Determinação dos reogramas

A caracterização reológica foi feita para as seguintes condições experimentais:

- Fase sobrenadante, obtida às temperaturas de 8, -11°C e -15°C ;
- Fase precipitada, obtida às temperaturas de 8, -11°C e -15°C ;
- Fase precipitada, obtida às temperaturas de 8, -11°C e -15°C , formulada com material de parede a 15%.

Fase Sobrenadante: para determinação do comportamento reológico da fase sobrenadante, utilizou-se o viscosímetro de cilindros concêntricos rotacionais Brookfield modelo LVDV II, com sistema de sensor SC4-18, conectado a um sistema computadorizado de aquisição de dados (Wingather V.1.1 Brookfield Engineering Laboratories) para registrar taxa de deformação, viscosidade aparente e tensão de cisalhamento.

Foram utilizadas velocidades de rotação do spindle variáveis entre 105 e 200rpm, o que correspondeu a taxas de deformação entre 139 e 264s^{-1} .

Fase precipitada pura e formulada: para determinação do comportamento reológico da fase precipitada pura e formulada com material de parede, utilizou-se o Reômetro Rotativo CV20N Haake Fisons. Foi utilizado o escoamento entre placas paralelas, com o sensor PQ30 onde havia uma placa estacionária e outra rotativa. O espaçamento entre as placas (*gap*) utilizado foi de 1,0 mm.

As taxas de deformação adotadas situaram-se entre 0 e 200.000s^{-1} .

As análises reológicas, para cada condição experimental, foram realizadas às temperaturas de 25, 40 e 50°C . Cada análise reológica foi executada em duas etapas consecutivas, sendo a primeira com taxa de deformação crescente (ida) e a segunda, com taxa decrescente (volta). Os experimentos foram repetidos três vezes para que fosse possível escolher os melhores resultados.

4.6.2 Teste de dependência do tempo

Os testes de dependência de tempo para aferir o comportamento tixotrópico, reopéctico ou independente dos materiais foram feitos com os mesmos parâmetros, excetuando-se que se manteve uma taxa de deformação fixa durante um longo tempo. Os testes foram aplicados a uma amostra da fase sobrenadante e uma da fase precipitada. As amostras escolhidas para realização dos testes foram aquelas que apresentaram maior histerese nas curvas de tensão *versus* taxa de deformação.

À fase sobrenadante, foi aplicada uma taxa de deformação de 264s^{-1} durante 30 minutos, com a aquisição de 10 pontos nesse período. Com a fase precipitada foram realizados dois testes a taxas de deformação diferentes. O primeiro foi realizado com uma taxa de deformação de 75s^{-1} e o segundo, com 200s^{-1} , ao longo de 60 minutos. Foram coletados 120 pontos ao final do período.

4.6.3 Modelagem matemática

Para análise matemática de cada um dos reogramas obtidos, as curvas foram divididas em duas fases distintas. Primeiramente, analisou-se a variação da tensão para as taxas de deformação crescentes (IDA). Em uma segunda fase, avaliou-se a variação da tensão para as taxas de deformação decrescentes (VOLTA).

Através do software Statistica 5.0, os modelos matemáticos da Lei da Potência, de Herschel-Bulkley e de Casson (equações (3), (4) e (5), respectivamente) foram aplicados aos dados experimentais, utilizando-se uma estimativa não linear e o método Quasi-Newton. Foram, então, obtidas uma equação e uma curva teórica relacionando a taxa de deformação aplicada e a tensão de cisalhamento estimada correspondentes a cada modelo. Após o ajuste da curva experimental, foi calculado o erro relativo entre dados experimentais e teóricos da tensão de cisalhamento.

Os erros relativos foram calculados a partir da equação (9), estimando as diferenças entre os valores teóricos e os valores experimentais de tensão de cisalhamento.

$$ER = \frac{|VE - VT|}{VE} 100 \quad (9)$$

A partir dos valores obtidos para o erro relativo, calcularam-se os erros relativos médios para cada condição experimental.

4.7 TEOR DE SÓLIDOS

4.7.1 Sólidos solúveis

O teor de sólidos solúveis foi determinado em refratômetro de bancada Abbé, segundo o método nº 13.6.1 (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 1976). O valor obtido foi corrigido com a temperatura para 20°C.

4.7.2 Sólidos totais

Para determinação dos sólidos totais, utilizou-se a metodologia oficial descrita pela ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS (1995) para determinação de umidade de açúcares e produtos do açúcar (método nº 44.1.03). Os sólidos totais foram calculados por diferença, de acordo com a equação (10):

$$ST (\%) = 100\% - \textit{Umidade} (\%) \quad (10)$$

A metodologia prevê a secagem à temperatura de 100°C por 10 horas, com pesagens sucessivas a partir desse período até que se obtenha peso constante. Em testes preliminares, foi possível perceber que em um período de 24 horas já ocorria a estabilização do peso. Dessa forma, estipulou-se o período de 24 horas para a secagem em estufa a 100°C. Utilizou-se a estufa com circulação forçada de marca FANEM modelo 320-SE

4.8 COMPOSIÇÃO CENTESIMAL

A determinação da composição centesimal foi realizada para as seguintes amostras:

- Raiz pura;
- Extrato puro da raiz;
- Extrato concentrado da raiz;
- Fase sobrenadante do extrato concentrado, para cada temperatura de resfriamento;
- Fase precipitada do extrato concentrado, para cada temperatura de resfriamento.
- Extrato de inulina em pó, para cada condição do material de alimentação utilizado na secagem em *spray* (fases precipitadas puras e formuladas).

Para determinação da composição, foram feitas as seguintes análises:

- Matéria mineral (cinzas);
- Extrato etéreo;
- Fibra bruta;
- Fibra detergente neutra;
- Proteína.

4.8.1 Matéria mineral

A determinação do teor de matéria mineral (cinzas) das fases sobrenadante e precipitada do extrato líquido de inulina foi realizada de acordo com o método nº14.006 descrito pela ASSOCIATION OF THE OFFICIAL AGRICULTURAL CHEMISTS (1975).

O teor de matéria mineral dos extratos em pó foi determinado de acordo com as Normas do COMPÊNDIO BRASILEIRO DE NUTRIÇÃO ANIMAL (1998).

4.8.2 Proteína, fibra detergente neutra, fibra bruta e extrato etéreo:

As análises de fibra bruta, fibra detergente neutra, proteína e extrato etéreo, para os extratos líquidos e em pó foram realizadas de acordo com as Normas do COMPÊNDIO BRASILEIRO DE NUTRIÇÃO ANIMAL (1998).

4.8.3 Carboidratos

O teor de carboidratos foi calculado por diferença, a partir da equação (11).

$$\text{Carboidratos (\%)} = 100\% - [\text{Umidade (\%)} + \text{PB (\%)} + \text{EE (\%)} + \text{FDN (\%)} + \text{MM (\%)}] \quad (11)$$

Considerou-se o teor de fibras total como sendo o correspondente à análise de FDN ao invés do obtido pela análise de fibra bruta. Ambas análises medem o teor de fibras totais, no entanto, a análise de FDN fornece resultados mais precisos.

4.9 DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE

A determinação da densidade das amostras líquidas foi realizada por picnometria, de acordo com o método 4.4 do INSTITUTO ADOLFO LUTZ (1976), para as temperaturas de 25°C, 30°C, 35°C, 40°C, 45°C, e 50°C. As medições foram feitas em triplicata.

Os picnômetros foram previamente calibrados com água destilada, e, em seguida, determinadas as densidades das amostras nas diferentes temperaturas. Os valores adotados para a densidade da água em diferentes temperaturas foram descritos por CHOI & OKOS (1986).

O peso específico do extrato líquido de inulina foi determinado para as seguintes amostras:

- Fase sobrenadante do extrato concentrado, para cada temperatura de resfriamento;
- Fase precipitada do extrato concentrado, para cada temperatura de resfriamento;
- Fase precipitada do extrato concentrado formulada com material de parede a 15%, para cada temperatura de resfriamento.

4.10 ANÁLISE DA CONCENTRAÇÃO DE INULINA

As análises de concentração de inulina foram realizadas através da cromatografia líquida a alta eficiência (CLAE), em equipamento com coluna Aminex HPX-87C (250mm X 4mm), detector de índice de refração Waters, modelo 410, bomba para CLAE Waters modelo M-45. A fase móvel foi água a 0,3ml/min, com um volume injetado de 20µl. A temperatura da coluna foi de 80°C e a do detector de 40°C.

A quantificação foi baseada no padrão de inulina preparado com a amostra Fluka (Bio Chemika).

A partir da relação entre a concentração de inulina no extrato utilizado na alimentação do spray e a concentração de inulina no pó obtido após a secagem, calculou-se o rendimento de inulina no processo de secagem.

V RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CARACTERIZAÇÃO DA RAIZ

As raízes colhidas, *in natura*, foram caracterizadas de acordo com o teor de sólidos solúveis e com a umidade. Os resultados obtidos são apresentados no Quadro 5.

Quadro 5 – Características da raiz de chicória

Propriedade	Valor
Teor de sólidos solúveis	23,8 °Brix
Umidade	63%

5.2 CONDIÇÕES DO PROCESSO DE EXTRAÇÃO

5.2.1 Colheita, fatiamento e moagem

O Quadro 6 apresenta a massa total de raízes colhidas, correspondentes a três linhas de plantio, bem como a massa total de raízes descartadas durante a etapa de fatiamento. O descarte corresponde às raízes que se mostraram apodrecidas.

Quadro 6 – Dados de colheita

<i>Raízes colhidas</i>	94,5 kg
<i>Descarte</i>	3 kg
<i>Porcentagem descartada</i>	3,2%

5.2.2 Extração

O Quadro 7 apresenta a quantidade de raiz e a quantidade de água correspondentes a cada uma das partes da extração, bem como a massa de extrato obtida e a massa de raízes descartadas após a filtração. Nesse quadro também é apresentada a concentração de sólidos solúveis do extrato correspondente a cada parte, no instante imediatamente posterior à extração. Os valores obtidos para o teor de sólidos solúveis em cada etapa da extração, conforme pode ser observado no Quadro 7, mostram que o processo de extração apresentou excelentes resultados.

Quadro 7 – Quantidade de água e raiz, quantidade de extrato e de descarte obtidos após a filtragem e concentração de sólidos solúveis, correspondentes a cada uma das partes da extração.

	Parte I	Parte II	Parte III
Massa de raiz (kg)	26	31,5	32,0
Massa de água (kg)	52	63,0	64,0
Massa de Extrato (kg)	44	52	57,5
Massa de resíduo após filtragem (kg)	27	33	34,0
Concentração de sólidos solúveis	9,5 °Brix	9 °Brix	8,9 °Brix

5.2.3 Concentração

O Quadro 8 apresenta as condições aproximadas de processo adotadas em cada uma das etapas de concentração.

Quadro 8 – Condições médias de processo para a etapa de concentração

	<i>Parte I</i>	<i>Parte II</i>	<i>Parte II</i>
<i>Pressão de vapor na linha</i>	0,2 a 0,6 kgf/cm ²	0,1 a 0,2 kgf/cm ²	0,1 a 0,2 kgf/cm ²
<i>Temperatura na amostra</i>	56 – 70°C	62 – 72°C	65 – 75°C
<i>Vácuo</i>	17,5 pol de Hg	17 pol de Hg	16 pol de Hg
<i>Tempo de processo</i>	1h 30min	1h 30min	1h 40 min

O bule apresentou vários problemas elétricos durante a etapa de concentração, bem como problemas de formação de espuma. Esses problemas, associados à necessidade de se manter condições estáveis de temperatura acarretaram em oscilações nas condições de processo, conforme pôde ser observado no Quadro 8.

Os extratos concentrados obtidos nas três etapas foram misturados e homogeneizados, conforme o item 4.1.9. O extrato concentrado total obtido foi de 42 kg com teor de sólidos solúveis de 24°Brix.

5.3 SEPARAÇÃO DE FASES

A separação de fases foi realizada após a etapa de resfriamento/congelamento, conforme descrito na metodologia, às temperaturas de 8°C, -11°C e -15°C. O Quadro 9 apresenta a quantidade total de precipitado e sobrenadante obtidas para cada condição de resfriamento do extrato, bem como o percentual correspondente a cada uma dessas fases em relação à massa total de extrato.

Quadro 9 – Percentual de precipitado e sobrenadante para cada uma das temperaturas de resfriamento/congelamento do extrato puro

Temperatura de Armazenamento (°C)	Massa Total (g)	Massa Precipitado (g)	Precipitado (%)	Massa Sobrenadante (g)	Sobrenadante (%)
8	13740,00	11030,00	80,28%	2710,00	19,72%
-11	12492,47	11065,49	88,58%	1426,98	11,42%
-15	12597,44	10979,16	87,15%	1618,28	12,85%

A Figura 23 ilustra a proporção de sobrenadante e precipitado para cada uma das temperaturas.

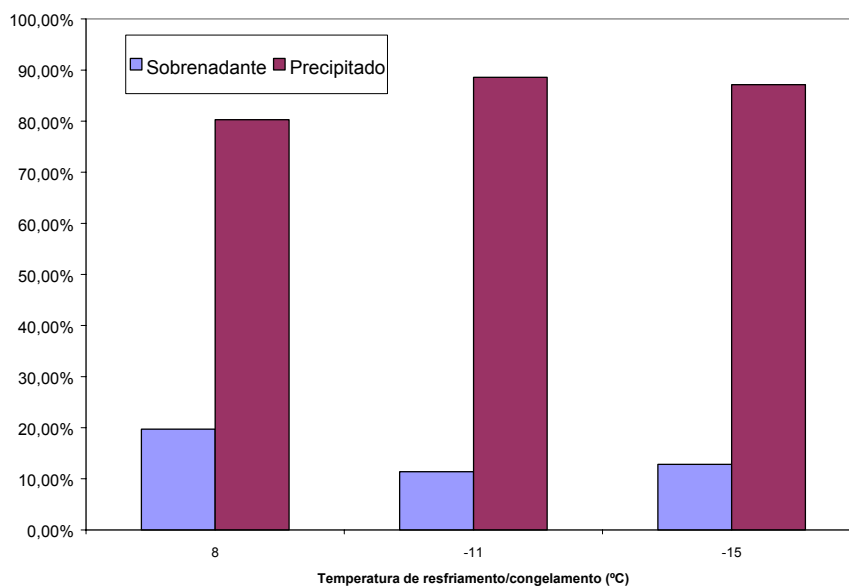


Figura 23 – Percentual de precipitado e sobrenadante para cada uma das temperaturas de resfriamento/congelamento da amostra

Analisando-se o Quadro 9 e a Figura 23, percebe-se que, para a amostra simplesmente resfriada, o percentual de sobrenadante foi superior àqueles apresentados pelas amostras congeladas, indicando que o congelamento do extrato forneceu uma maior precipitação. Entretanto, não foram observadas diferenças entre os percentuais de precipitação das diferentes temperaturas de congelamento.

5.4 CARACTERIZAÇÃO DO EXTRATO LÍQUIDO DE INULINA

5.4.1 Determinação da densidade

Os Quadros 10, 11 e 12 apresentam os valores das densidades correspondentes às fases sobrenadante, precipitada pura e precipitada formulada para cada uma das temperaturas de resfriamento do extrato líquido (T1, T2, T3), respectivamente. Os valores da densidade foram determinados para as temperaturas de 25, 30, 35, 40, 45 e 50°C.

As amostras correspondentes à fase sobrenadante obtidas às temperaturas de 8, -11 e -15°C foram representadas por ST1, ST2 e ST3, respectivamente. Analogamente, as amostras correspondentes à fase precipitada pura obtidas às três diferentes temperaturas foram representadas por PT1, PT2 e PT3 e as amostras correspondentes à fase precipitada formulada, por MPT1, MPT2, MPT3. Essa simbologia foi adotada em todas as análises correspondentes às diferentes fases, tanto para o extrato líquido quanto para o produto em pó.

Quadro 10 – Densidade média e respectivos desvios, determinada a diferentes temperaturas, para as diferentes condições de obtenção da fase sobrenadante (g.ml⁻¹).

Amostra	Temperatura	25°C	30°C	35°C	40°C	45°C	50°C
ST1	<i>Densidade média (g/ml)</i>	1,101	1,098	1,096	1,095	1,092	1,091
	<i>DP (g/ml)</i>	0,002	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001
	<i>CV (%)</i>	0,214%	0,130%	0,061%	0,136%	0,076%	0,108%
ST2	<i>Densidade média (g/ml)</i>	1,057	1,054	1,053	1,051	1,048	1,047
	<i>DP (g/ml)</i>	0,003	0,001	0,002	0,001	0,002	0,002
	<i>CV (%)</i>	0,254%	0,068%	0,222%	0,079%	0,155%	0,238%
ST3	<i>Densidade média (g/ml)</i>	1,059	1,056	1,055	1,054	1,050	1,049
	<i>DP (g/ml)</i>	0,000	0,001	0,002	0,001	0,001	0,001
	<i>CV (%)</i>	0,040%	0,104%	0,172%	0,065%	0,091%	0,133%

Quadro 11 – Densidade média e respectivos desvios, determinada a diferentes temperaturas, para as diferentes condições de obtenção da fase precipitada (g.ml⁻¹).

Amostra	Temperatura	25°C	30°C	35°C	40°C	45°C	50°C
PT1	<i>Densidade média (g/ml)</i>	1,141	1,137	1,134	1,133	1,131	1,129
	<i>DP (g/ml)</i>	0,002	0,000	0,001	0,002	0,000	0,001
	<i>CV (%)</i>	0,159%	0,031%	0,112%	0,144%	0,037%	0,076%
PT2	<i>Densidade média (g/ml)</i>	1,141	1,136	1,135	1,132	1,130	1,129
	<i>DP (g/ml)</i>	0,001	0,001	0,000	0,001	0,001	0,002
	<i>CV (%)</i>	0,047%	0,091%	0,019%	0,055%	0,116%	0,174%
PT3	<i>Densidade média (g/ml)</i>	1,141	1,137	1,135	1,133	1,130	1,127
	<i>DP (g/ml)</i>	0,000	0,001	0,000	0,002	0,001	0,002
	<i>CV (%)</i>	0,033%	0,083%	0,044%	0,160%	0,107%	0,134%

Quadro 12 – Densidade média e respectivos desvios, determinada a diferentes temperaturas, para as diferentes condições de obtenção da fase precipitada formulada (g.ml⁻¹).

Amostra	Temperatura	25°C	30°C	35°C	40°C	45°C	50°C
MPT1	<i>Densidade média (g/ml)</i>	1,171	1,167	1,166	1,164	1,161	1,160
	<i>DP (g/ml)</i>	0,006	0,006	0,005	0,005	0,006	0,007
	<i>CV (%)</i>	0,005	0,006	0,005	0,004	0,005	0,006
MPT2	<i>Densidade média (g/ml)</i>	1,161	1,155	1,152	1,151	1,147	1,144
	<i>DP (g/ml)</i>	0,003	0,002	0,003	0,002	0,003	0,003
	<i>CV (%)</i>	0,280%	0,203%	0,228%	0,200%	0,287%	0,275%
MPT3	<i>Densidade média (g/ml)</i>	1,162	1,158	1,156	1,151	1,148	1,147
	<i>DP (g/ml)</i>	0,002	0,002	0,003	0,002	0,003	0,005
	<i>CV (%)</i>	0,210%	0,214%	0,261%	0,198%	0,286%	0,450%

A partir dos Quadros 10, 11 e 12 e dos valores da densidade da água (CHOI & OKOS, 1986), traçou-se a curva de variação da densidade com a temperatura, ilustrada na Figura 24.

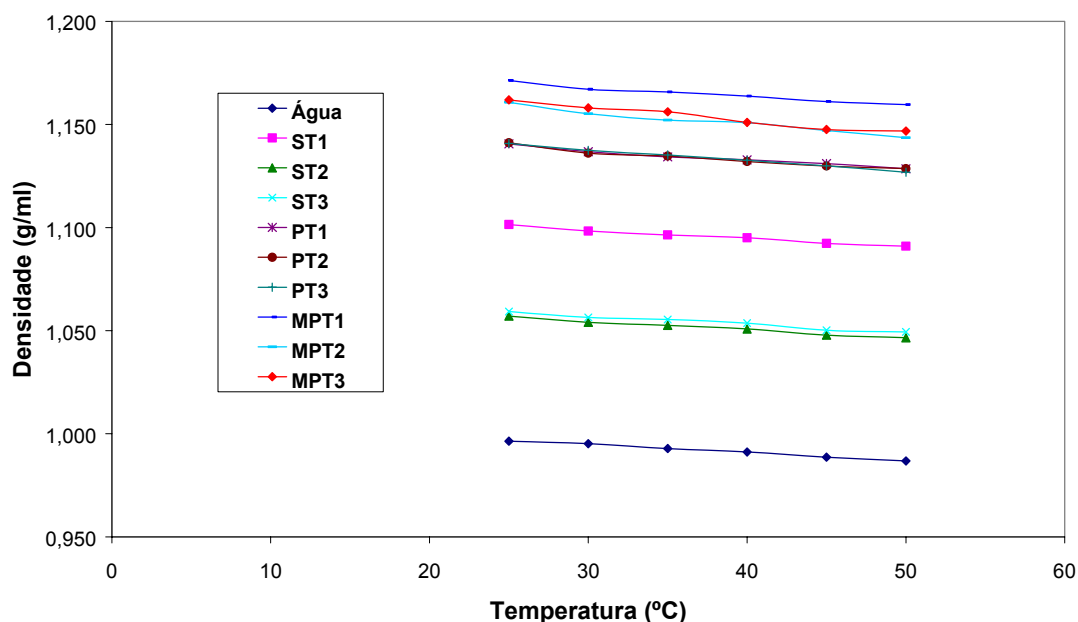


Figura 24 – Variação da densidade com a temperatura para as fases sobrenadante, precipitada pura e precipitada formulada comparativamente com a água

Avaliando-se a Figura 24, percebe-se que as fases sobrenadantes ST2 e ST3 seguem curvas de variação da densidade com a temperatura bastante próximas. Além disso, é possível perceber também que tais curvas são as que mais se aproximam da curva apresentada pela água.

Dentre as fases sobrenadantes, aquela obtida à maior temperatura de resfriamento, ST1, foi a que apresentou maiores densidades para as diferentes temperaturas, sendo seus valores um pouco inferiores aos apresentados pelas fases precipitadas.

Analisando-se as curvas apresentadas pelas fases PT1, PT2 e PT3, percebe-se que elas se confundem, de modo que é possível afirmar que tais fases, independentemente das temperaturas de resfriamento na obtenção, apresentam a mesma variação de densidade com a temperatura. As fases precipitadas apresentaram densidades cerca de 1,14 vezes superiores à da água, para as mesmas temperaturas de avaliação.

A adição de material de parede acarretou um aumento na densidade das amostras, como era esperado. Esse aumento se mostrou mais acentuado para a amostra MPT1, sendo da ordem de 1,02 vezes a densidade da fase precipitada pura correspondente e da ordem de 1,17 vezes a densidade da água, para as temperaturas avaliadas.

5.4.2 **Determinação dos sólidos**

5.4.2.1 **Sólidos solúveis**

Os valores de sólidos solúveis, para as diferentes condições de obtenção das fases sobrenadante, precipitada pura e precipitada formulada, lidos em Refratômetro Abbé e corrigidos de acordo com a temperatura, são apresentados no Quadro 13.

Quadro 13 – Valores de sólidos solúveis, corrigidos à temperatura de 20°C.

Amostra	Teor de sólidos solúveis (°Brix)
ST1	18,50
ST2	14,00
ST3	13,75
PT1	16,15
PT2	16,12
PT3	16,40
MPT1	28,58
MPT2	27,61
MPT3	28,83

Avaliando-se o Quadro 13, percebe-se que a fase sobrenadante obtida à temperatura de 8°C apresentou um teor de sólidos solúveis superior àquele apresentado pelas fases ST2 (-11°C) e ST3 (-15°C). Entretanto, não foi possível observar grandes diferenças entre os teores de sólidos solúveis das fases precipitadas das diferentes amostras. A possível explicação para o ocorrido seria a baixa solubilidade da inulina a baixas temperaturas, que não permitiu a migração dos sólidos solúveis para a fase sobrenadante quando as amostras foram congeladas.

O acréscimo de material de parede às amostras correspondentes à fase precipitada, como era esperado, aumentou o teor de sólidos solúveis.

5.4.2.2 **Sólidos totais**

No Quadro 14 são apresentados as umidades e os sólidos totais das amostras, determinados de acordo com o método descrito no item 4.7.2.

Quadro 14 – Umidade da raiz de chicória e de diferentes condições do extrato líquido de inulina

<i>Amostra</i>	<i>Umidade média (%)</i>	<i>DP (%)</i>	<i>CV (%)</i>	<i>Sólidos Totais (%)</i>
<i>Raízes de chicória</i>	72,42	0,57	0,78	27,58
<i>Extrato puro</i>	91,32	0,09	0,10	8,68
<i>Extrato concentrado</i>	69,47	0,08	0,08	30,53
<i>ST1</i>	76,90	0,01	0,02	23,10
<i>ST2</i>	86,32	0,03	0,04	13,68
<i>ST3</i>	86,47	0,03	0,03	13,53
<i>PT1</i>	67,21	0,02	0,03	32,79
<i>PT2</i>	67,58	0,11	0,16	32,42
<i>PT3</i>	67,06	0,08	0,13	32,94

Os fatos observados na determinação do teor de sólidos solúveis se repetem na determinação dos sólidos totais. A amostra correspondente à fase sobrenadante obtida à temperatura de 8°C foi a que apresentou o maior teor de sólidos totais, sendo cerca de 10% superior às fases sobrenadantes obtidas às temperaturas de -11 e -15°C, mostrando que o resfriamento a temperaturas mais elevadas é menos eficiente na obtenção da fase precipitada. A diferença entre o teor de sólidos totais das amostras correspondentes à fase precipitada obtidas a diferentes temperaturas foi pequena, porém, a temperatura de resfriamento teve influência no rendimento de obtenção da fase precipitada, conforme pode ser observado na Figura 23.

5.4.3 Análises de composição centesimal

O Quadro 15 apresenta os resultados obtidos para as análises de proteína (PB), extrato etéreo (EE), fibra bruta (FB), fibra detergente neutra (FDN) e matéria mineral (MM). Os resultados estão expressos com base na porcentagem no extrato seco. Os valores foram expressos na forma de faixa de variação, uma vez que se tratava de um material muito heterogêneo.

Quadro 15 – Determinação do teor de proteína, de cinzas e de extrato etéreo das raízes de chicória e das diferentes condições do extrato líquido

Amostra	PB (%)	FDN(%)	FB (%)	EE(%)	MM(%)
<i>Raiz</i>	3,36-3,42	8,69-9,25	4,87-4,92	0,15-0,20	4,00-4,02
<i>Extrato puro</i>	2,53-2,56	0,29-0,69	0,05-0,07	0,30-0,50	2,50-2,54
<i>Extrato concentrado</i>	2,17-2,37	0,12-0,36	-	0,13-0,24	2,50-2,52
<i>ST1</i>	2,53-2,71	0,11-0,20	-	0,11-0,15	4,32-4,34
<i>ST2</i>	3,51-4,37	0,22-0,28	<0,05	0,01-0,02	7,57-7,65
<i>ST3</i>	3,43-3,50	0,03-0,19	0,04-0,11	0,04-0,05	7,87-8,04
<i>PT1</i>	2,54-2,57	0,03-0,06	0,09	<0,06	2,84-2,89
<i>PT2</i>	1,70-1,73	0,02-0,05	0,06-0,11	0,020-0,09	2,90-2,93
<i>PT3</i>	2,63-2,64	0,23-0,29	0,04-0,11	0,01-0,08	2,89-2,93

No Quadro 16 é apresentada a composição média obtida para a raiz de chicória e das diferentes condições do extrato líquido de inulina. Os percentuais foram convertidos para base úmida e o teor de carboidratos foi determinado por diferença, de acordo com a equação (11).

Quadro 16 – Composição média da raiz de chicória e das diferentes condições do extrato líquido de inulina

Amostra	Umidade (%)	Proteínas (%)	Fibras (%)	Extrato etéreo (%)	Cinzas (%)	Carboidratos (%)
<i>Raiz</i>	72,416	0,927-0,943	2,397-2,552	0,041-0,055	1,103-1,109	23,115-22,925
<i>Extrato puro</i>	91,323	0,220-0,222	0,025-0,060	0,026-0,043	0,217-0,220	8,189-8,131
<i>Extrato concentrado</i>	75,064	0,541-0,591	0,030-0,090	0,032-0,060	0,623-0,628	23,709-23,567
<i>ST1</i>	76,903	0,584-0,626	0,025-0,046	0,025-0,035	0,998-1,002	21,464-21,388
<i>ST2</i>	86,317	0,480-0,598	0,030-0,038	0,001-0,003	1,036-1,047	12,135-11,997
<i>ST3</i>	86,473	0,464-0,473	0,004-0,026	0,005-0,007	1,065-1,088	11,989-11,934
<i>PT1</i>	67,214	0,833-0,843	0,010-0,020	<0,020	0,931-0,948	31,012-30,957
<i>PT2</i>	67,579	0,551-0,561	0,006-0,016	0,006-0,029	0,940-0,950	30,917-30,865
<i>PT3</i>	67,057	0,866-0,870	0,076-0,096	0,003-0,026	0,952-0,965	31,045-30,986

Como era esperado, as raízes de chicória apresentaram o maior teor de fibras, dentre as amostras analisadas, situando-se em torno de 2,5% da massa total. Os extratos líquidos, por terem passado por uma etapa de filtragem após a extração, apresentam teores de fibras insignificantes, inferiores a 0,1%. O teor de gordura dos extratos e das raízes também é insignificante, situando-se abaixo de 0,06%. Os teores de proteína e cinzas também podem ser considerados baixos, situando-se abaixo de 1,1%.

Todas as amostras analisadas destacam-se pelo alto teor de carboidratos, situando-se entre 12 e 21,4% para as fases sobrenadantes, sendo a fases ST1 a que apresentou os maiores teores de

carboidratos, e em torno de 30% para as fases precipitadas, havendo pequenas diferenças entre as três condições analisadas. O extrato puro, por conter maior teor de água, foi o que apresentou menor percentual de carboidratos, situando-se em torno de 8%. Já o extrato concentrado apresentou cerca de 23% de carboidratos, apresentando um percentual próximo ao obtido para a fase ST1.

5.4.4 **Teor de inulina**

O Quadro 17 apresenta os valores obtidos para a concentração média de inulina para as fases sobrenadante e precipitada do extrato de inulina, obtidas sob diferentes condições. Os valores estão corrigidos de acordo com o teor de sólidos totais correspondente a cada um dos extratos, conforme o Quadro 14. A concentração de inulina foi expressa em gramas de inulina por gramas de matéria seca (%).

Quadro 17 – Teor de inulina (%) em base seca para diferentes condições de extrato líquido de raízes de chicória.

<i>Material Analisado</i>	<i>Teor de inulina médio</i>
<i>ST1</i>	21,75%
<i>ST2</i>	4,80%
<i>ST3</i>	7,23%
<i>PT1</i>	51,53%
<i>PT2</i>	58,20%
<i>PT3</i>	78,26%

Analisando-se o Quadro 17, nota-se que, dentre as fases sobrenadantes, a amostra ST1 foi a que apresentou maior concentração de inulina, mostrando um valor 4,5 vezes superior ao apresentado pela ST2 e 3 vezes superior ao apresentado pela amostra ST3. Portanto, do ponto de vista da fase sobrenadante, o simples resfriamento da amostra não foi suficiente para retirar maior quantidade de inulina da solução.

De acordo com os dados de teor de inulina na fase precipitada, nota-se a clara influência da temperatura, onde a menor temperatura de congelamento foi a que resultou em um maior teor de inulina na amostra.

5.4.5 Análise reológica

5.4.5.1 *Reogramas*

As Figuras 25, 26 e 27 mostram os reogramas médios das amostras correspondentes à fase precipitada pura resfriada às temperaturas de 8°C (PT1), -11°C (PT2) e -15°C (PT3), respectivamente. A determinação das curvas de tensão *versus* taxa de deformação foi feita às temperaturas de 25, 40 e 50°C.

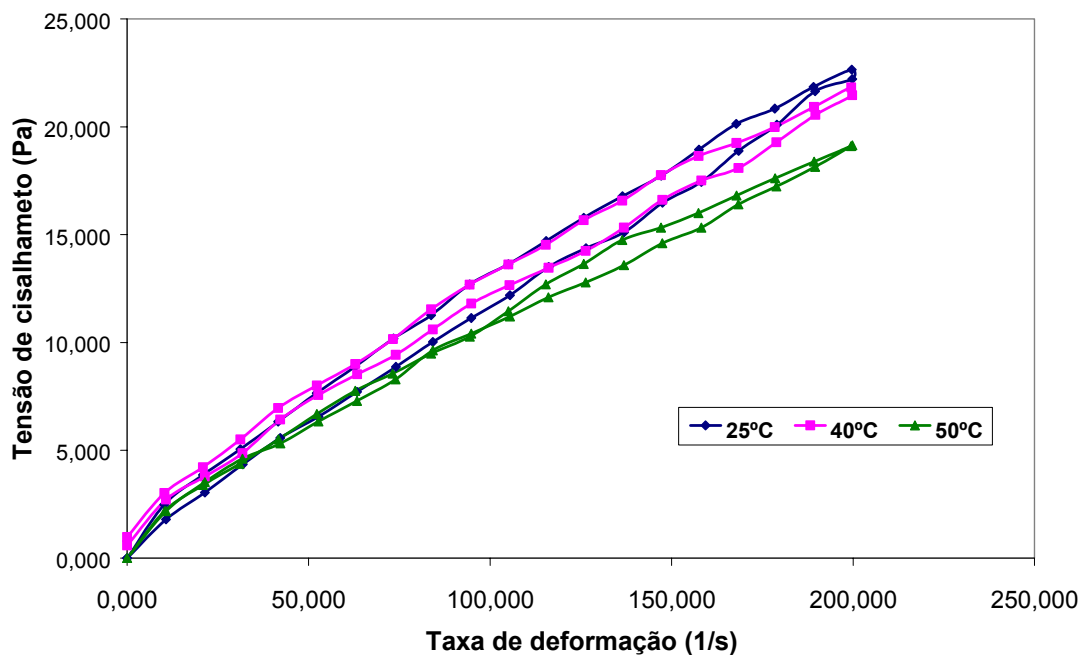
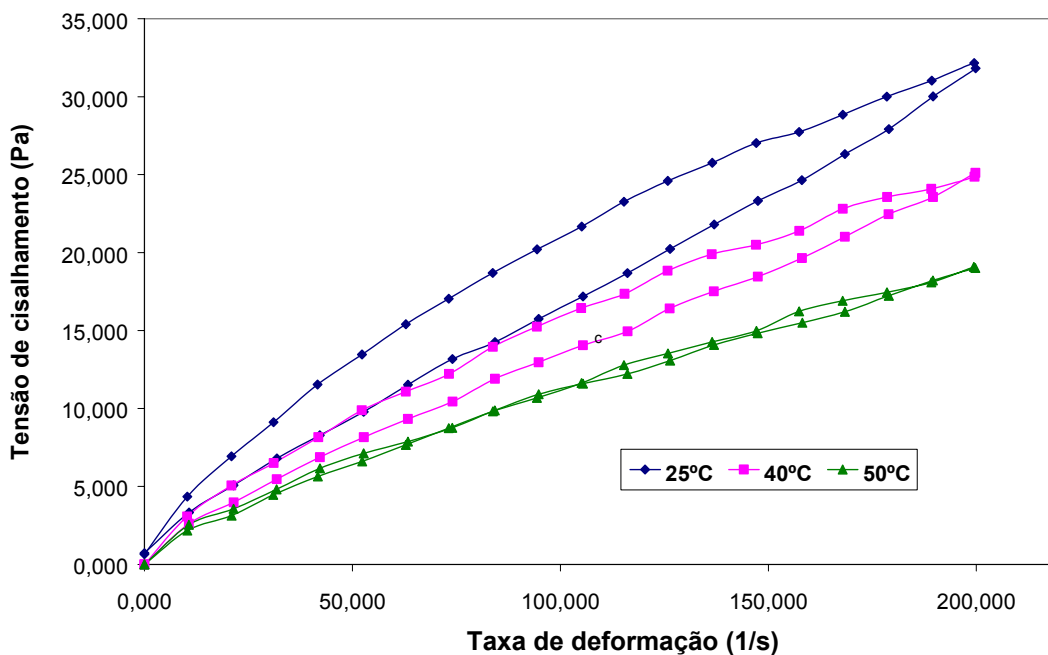
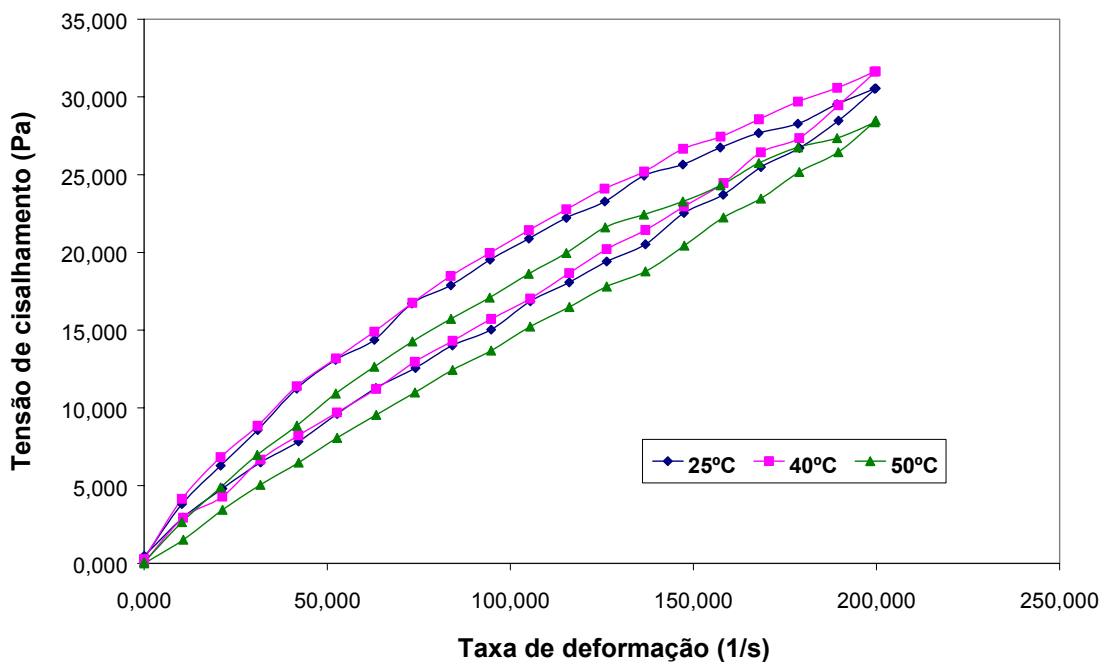


Figura 25 – Reograma correspondente à amostra PT1

**Figura 26 – Reograma correspondente à amostra PT2****Figura 27 – Reograma correspondente à amostra PT3**

Nas Figuras 25, 26 e 27 é possível observar a tendência à redução da viscosidade com o aumento da temperatura para os extratos analisados, principalmente entre as temperaturas de 25 e 50°C.

Para as amostras PT1 e PT3, praticamente não houve diferença entre as curvas de 25 e 40°C. Entretanto, na amostra PT2, essa diferença é bem enfatizada.

A Figura 28 compara os reogramas correspondentes às amostras PT1, PT2 e PT3:

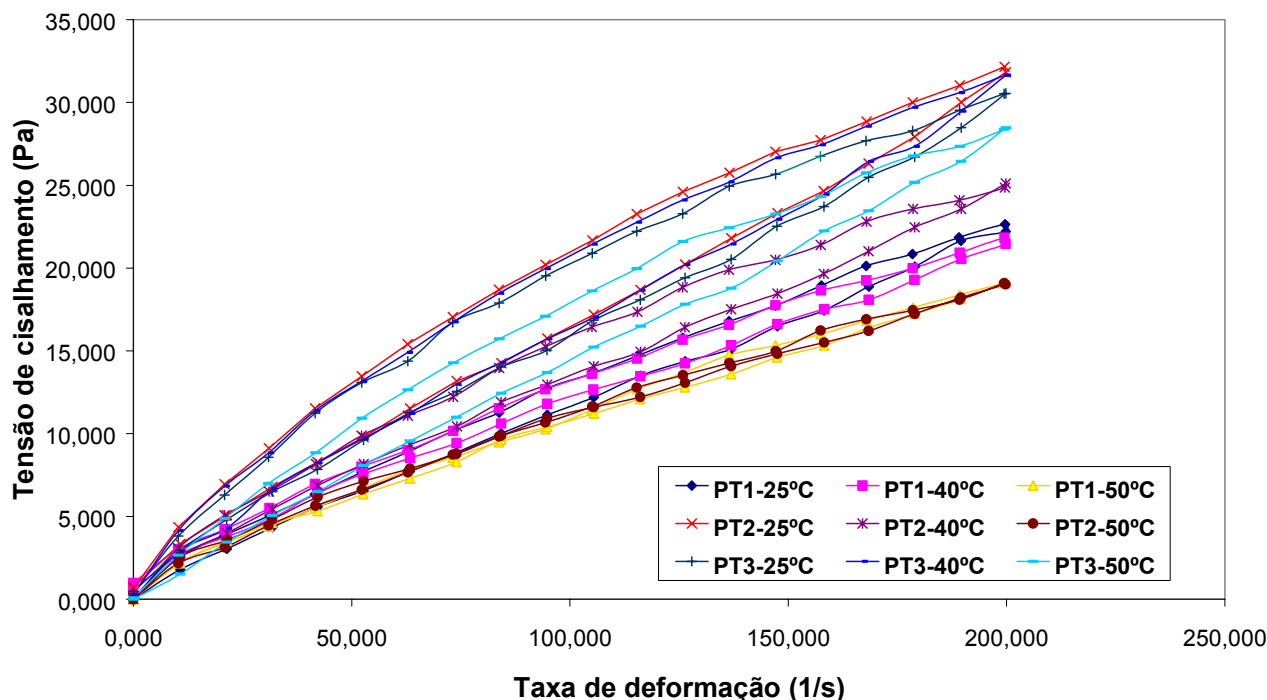


Figura 28 – Gráfico comparativo dos reogramas das amostras PT1, PT2 e PT3

Avaliando-se a Figura 28, é possível perceber que as amostras PT1, correspondentes à maior temperatura de resfriamento do extrato, são as que apresentam menor viscosidade aparente, independentemente da temperatura em que a curva de tensão *versus* taxa de deformação foi determinada. Apenas para a temperatura de 50°C, quando há uma redução considerável na viscosidade aparente das amostras, a curva de tensão *versus* taxa de deformação correspondente à amostra PT2 praticamente se igualou à da amostra PT1.

Por outro lado, as amostras PT3, correspondentes à menor temperatura de resfriamento do extrato, apresentaram viscosidade superior às demais amostras. Apenas para a temperatura de 25°C, a amostra PT2 apresentou viscosidade aparente superior à da PT3.

A partir dessas observações, é possível concluir que a temperatura de resfriamento do extrato anterior à separação de fases teve interferência sobre a viscosidade do mesmo. A fase PT1, simplesmente resfriada à temperatura de 8°C, apresentou menor viscosidade, ao passo que a fase PT3 apresentou maior viscosidade aparente. Correlacionando-se essa redução na viscosidade com a concentração de inulina correspondente a esses extratos, conforme pode ser observado no Quadro 17, é

possível perceber que um aumento na concentração de inulina provoca um aumento na viscosidade aparente dos extratos líquidos. Desse modo, é possível concluir que a concentração de inulina tem influência sobre a viscosidade aparente dos extratos.

As Figuras 29, 30 e 31 mostram os reogramas médios das amostras correspondentes à fase sobrenadante resfriada às temperaturas de 8°C (ST1), -11°C (ST2) e -15°C (ST3), respectivamente. A determinação das curvas de tensão *versus* taxa de deformação foi realizada às temperaturas de 25, 40 e 50°C.

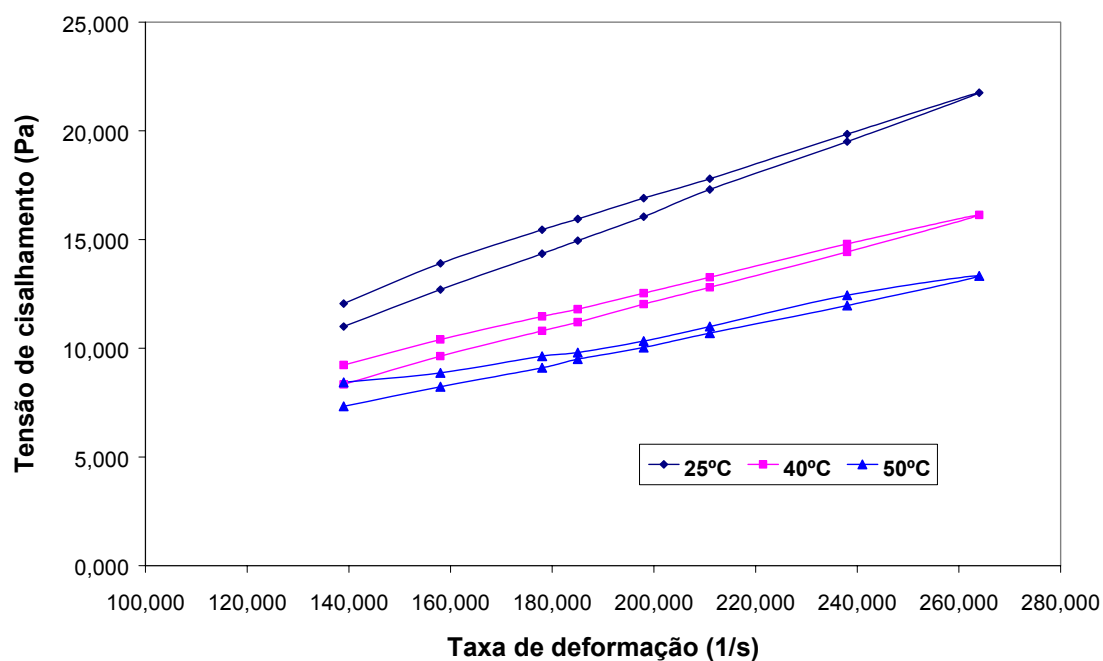


Figura 29 – Reograma da amostra ST1

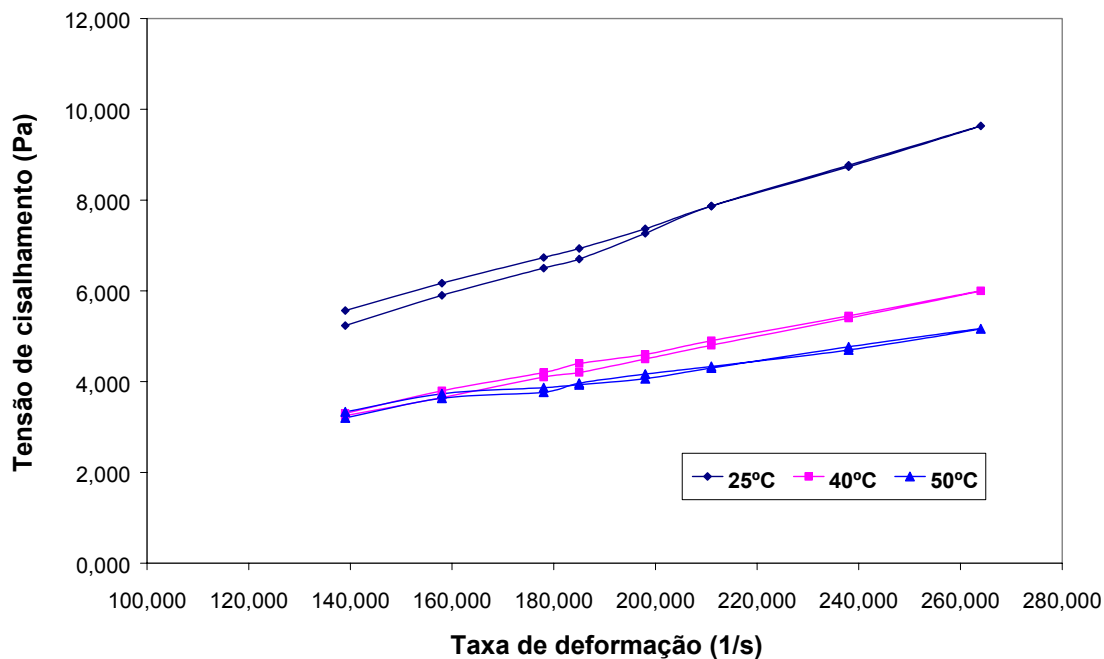


Figura 30 – Reograma da amostra ST2

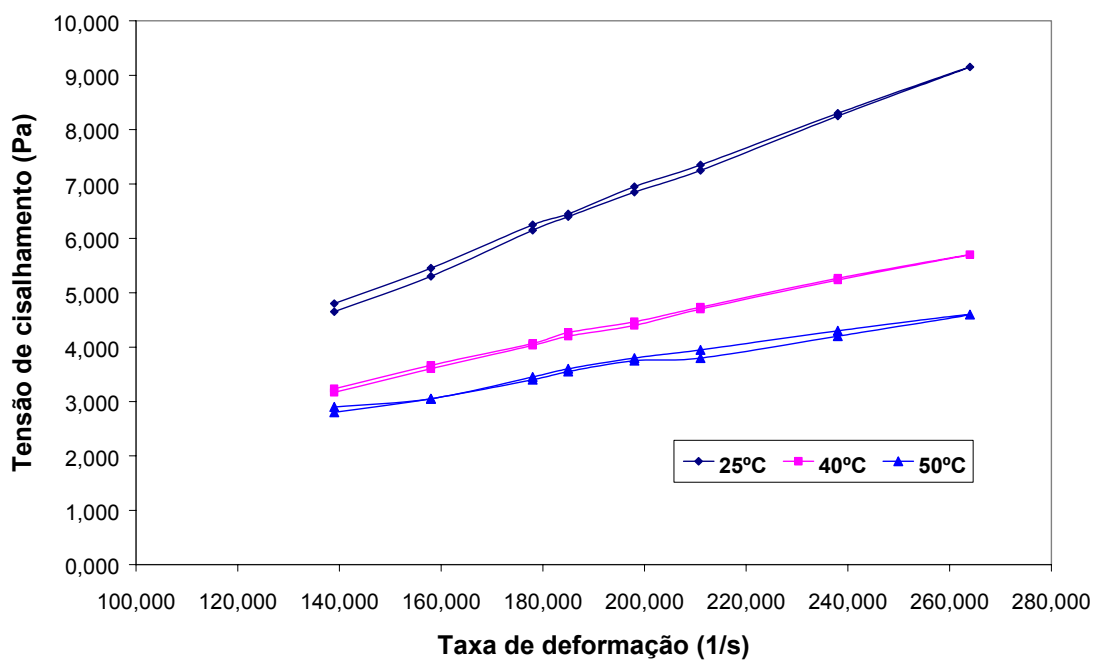


Figura 31 – Reograma da amostra ST3

Observando-se as Figuras 29, 30 e 31, comparativamente aos reogramas obtidos para a fase precipitada, nota-se uma maior evidência da redução da viscosidade com o aumento da temperatura. As amostras correspondentes às fases sobrenadantes ST2 e ST3 possuem menores concentrações de sólidos solúveis e de inulina, conforme pode ser observado nas respectivas análises (Quadros 13 e 17). Essa tendência, portanto, confirma um aumento da influência da temperatura sobre a viscosidade aparente para as soluções diluídas.

GINNER et al. (1996) estudaram a influência da temperatura e da concentração sobre o comportamento reológico do suco de cereja e também verificaram que o aumento da temperatura resultou em uma redução na viscosidade aparente. Entretanto, para teores maiores de sólidos solúveis, os autores observaram um efeito contrário da temperatura sobre a viscosidade. SAENZ & COSTEL (1986), estudando a reologia de produtos extraídos de limão clarificados e não clarificados, observaram que a presença de polpa e pectinas provocou uma redução da influência da temperatura sobre o comportamento reológico dos produtos.

A Figura 32 compara os reogramas para as fases sobrenadantes obtidas a diferentes temperaturas de resfriamento (ST1, ST2 e ST3).

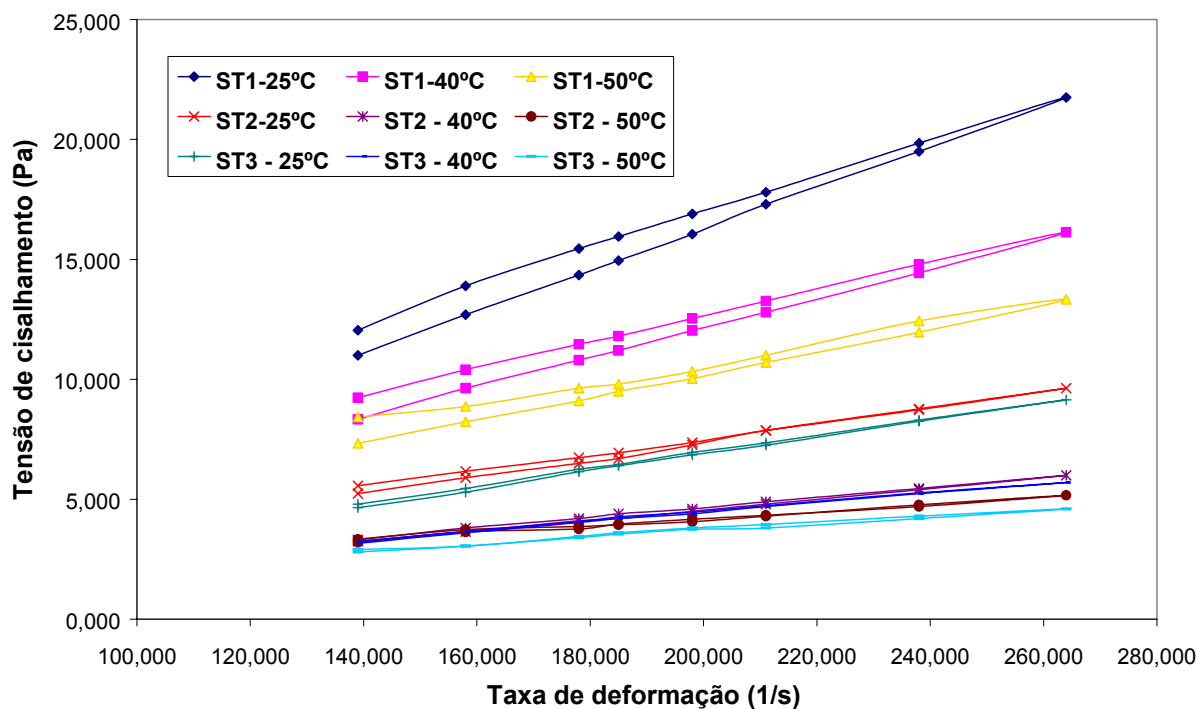


Figura 32 – Gráfico comparativo dos reogramas das amostras ST1, ST2 e ST3

Avaliando-se a Figura 32, nota-se um efeito contrário ao observado na Figura 28. A viscosidade aparente da amostra ST1, correspondente à fase sobrenadante do extrato resfriado à maior temperatura (8°C), se mostra nitidamente superior à das fases sobrenadantes obtidas às temperaturas de -11°C e -15°C, independentemente da temperatura de determinação da viscosidade. De acordo com os resultados apresentados nos Quadros 13, 14 e 17, nota-se que as amostras correspondentes à fase ST1 possuem, respectivamente, maior concentração de sólidos solúveis, de sólidos totais e de inulina do que as fases ST2 e ST3, fator esse que provoca um aumento na viscosidade aparente desta fase sobrenadante.

A viscosidade aparente da amostra ST2, correspondente à fase sobrenadante resfriada a -11°C se mostrou levemente superior à da amostra ST3, correspondente à fase sobrenadante resfriada a -15°C. Essa superioridade se mostrou mais evidente à temperatura de 25°C, quando a solubilidade da inulina é menor.

As Figuras 33, 34 e 35 mostram uma comparação entre os reogramas obtidos para as fases sobrenadante e precipitada obtidas às temperaturas de resfriamento de 8°C, -11°C e -15°C, respectivamente.

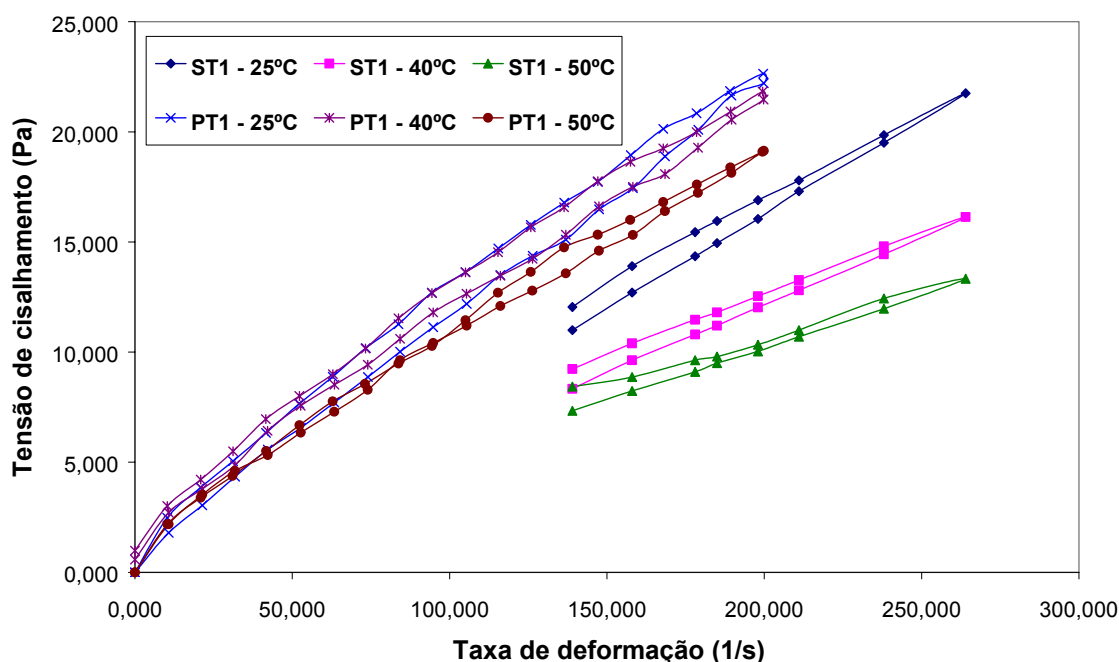


Figura 33 – Gráfico comparativo entre os reogramas das fases PT1 e ST1

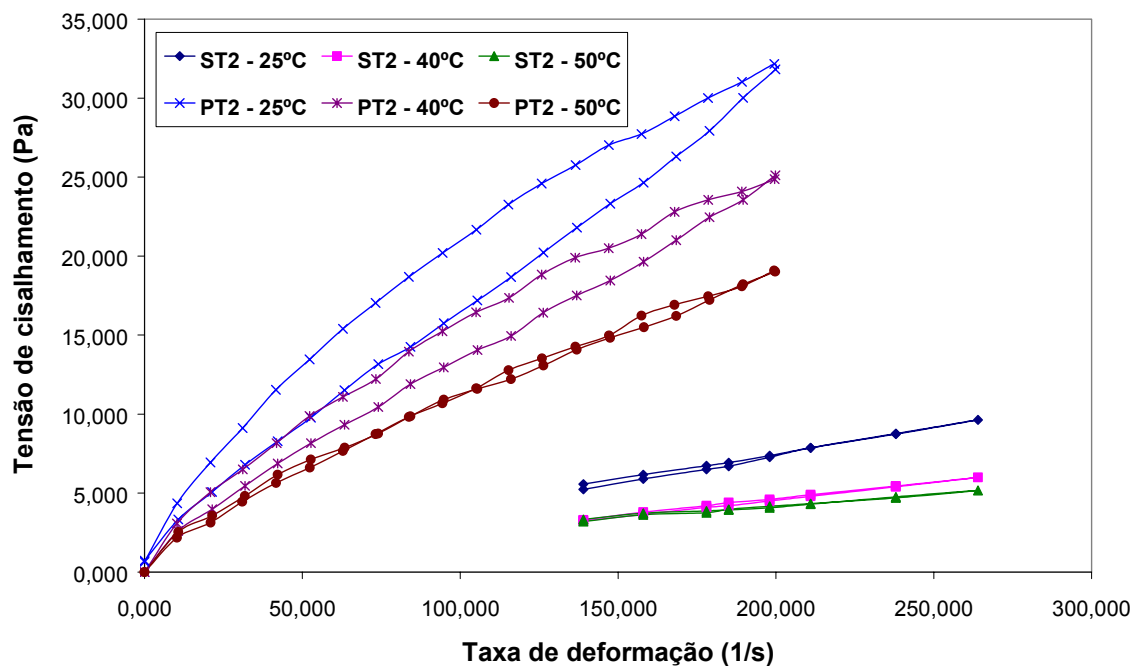


Figura 34 – Gráfico comparativo entre os reogramas das fases PT2 e ST2

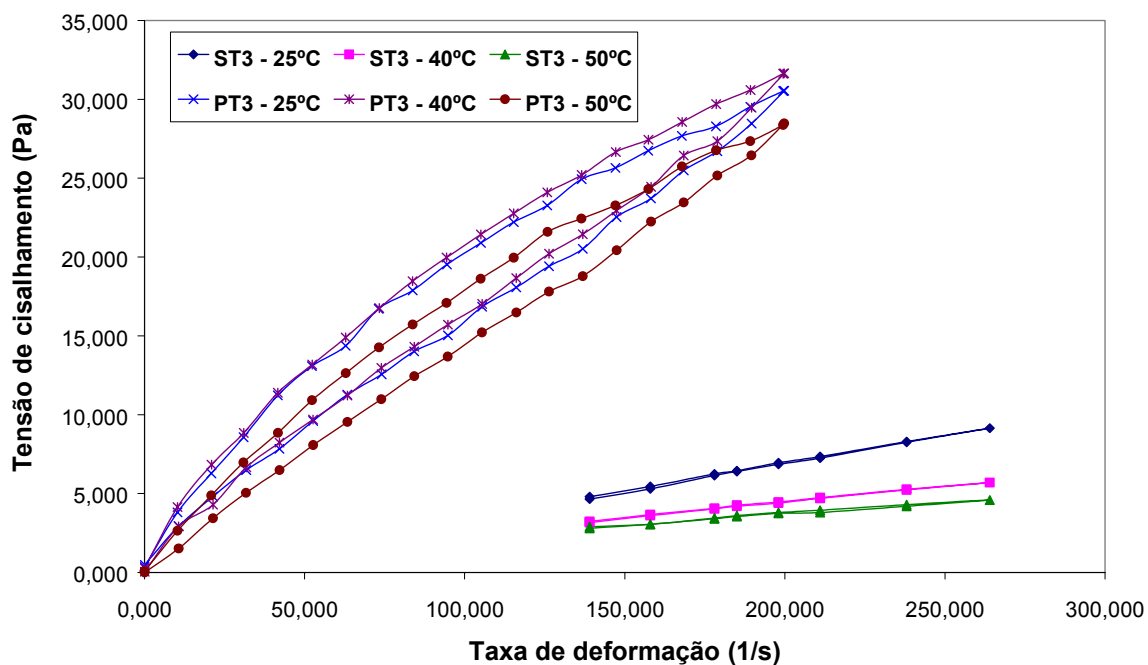


Figura 35 – Gráfico comparativo entre os reogramas das fases PT3 e ST3

Avaliando-se as Figuras 33, 34 e 35, fica evidente que a viscosidade aparente da fase precipitada é superior à da fase sobrenadante, considerando-se a determinação do reograma em uma mesma faixa de taxa de deformação e à mesma temperatura. De uma maneira geral, essas figuras mostram que, além da temperatura, a concentração de inulina também influi sobre a viscosidade das amostras.

É importante notar graficamente que os pontos adquiridos para a fase sobrenadante no aparelho Brookfield, além de serem em um número menor, abrangem uma faixa mais restrita em comparação aos dados adquiridos para a fase precipitada, no Reômetro Haake. Contudo, também fica evidenciada graficamente a necessidade de utilização de dois mecanismos distintos, pois, para uma taxa de deformação ao redor de 200s^{-1} , a tensão de cisalhamento medida na fase precipitada chega a ser até 10 vezes superior que a da fase sobrenadante. Deste modo, o aparelho Haake não apresentaria a precisão necessária para fazer uma análise confiável da fase sobrenadante, pois essa não é a faixa de tensão mais adequada na operação desse aparelho.

Nas amostras obtidas à maior temperatura de resfriamento (8°C), essa superioridade não é tão acentuada, sendo que a viscosidade aparente da fase precipitada é cerca de 1,8 vezes superior à da fase sobrenadante para as temperaturas de 40°C e 50°C . Para a temperatura de 25°C , a diferença entre as viscosidades se mostrou menos pronunciada, sendo da ordem de 1,3 vezes.

Nas amostras obtidas às temperaturas de -11°C e -15°C , a diferença entre as viscosidades das fases sobrenadante e precipitada foi bem mais evidente. Tomando-se como exemplo as condições em que a discrepância entre as viscosidades aparentes se mostrou mais acentuada, para uma melhor visualização, tem-se: para a temperatura de 40°C , a viscosidade aparente da fase PT2 mostrou magnitude até seis vezes superior à da fase ST2. Já a fase PT3, à temperatura de 50°C , se mostrou até oito vezes superior à da fase ST3.

Esses resultados corroboram os resultados de concentração de inulina obtidos para as fases sobrenadante e precipitada.

As Figuras 36, 37 e 38 mostram os reogramas médios das amostras correspondentes à fase precipitada formulada resfriada às temperaturas de 8°C (MPT1), -11°C (MPT2) e -15°C (MPT3), respectivamente. A determinação das curvas de tensão *versus* taxa de deformação foi realizada às temperaturas de 25 , 40 e 50°C .

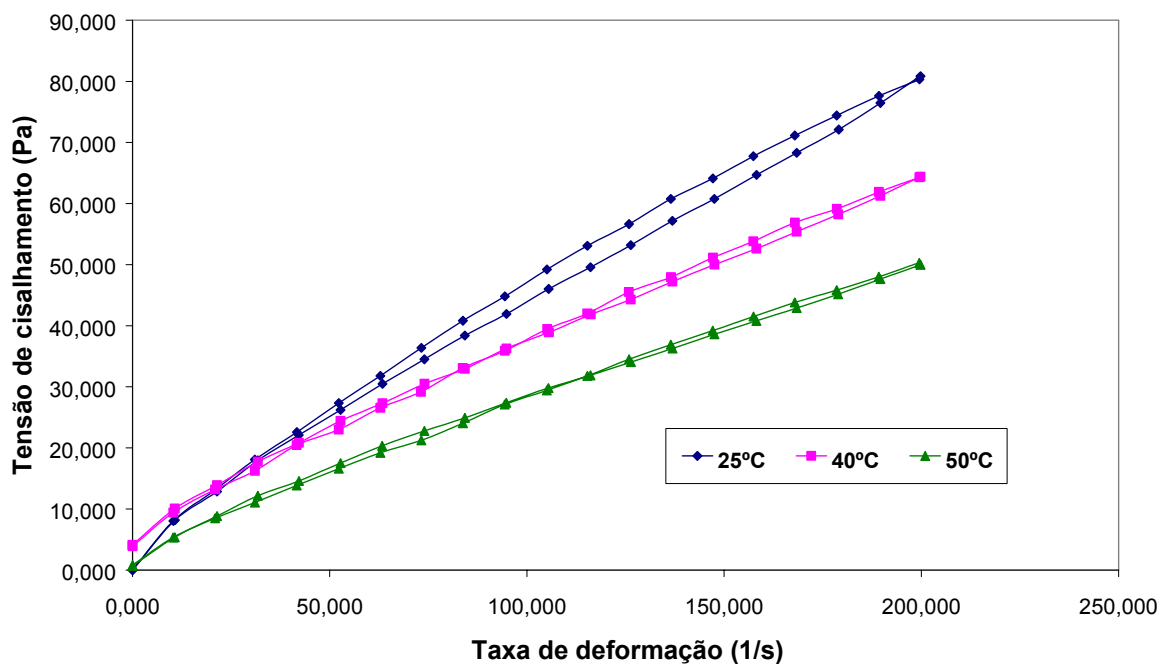


Figura 36 – Reograma da amostra MPT1

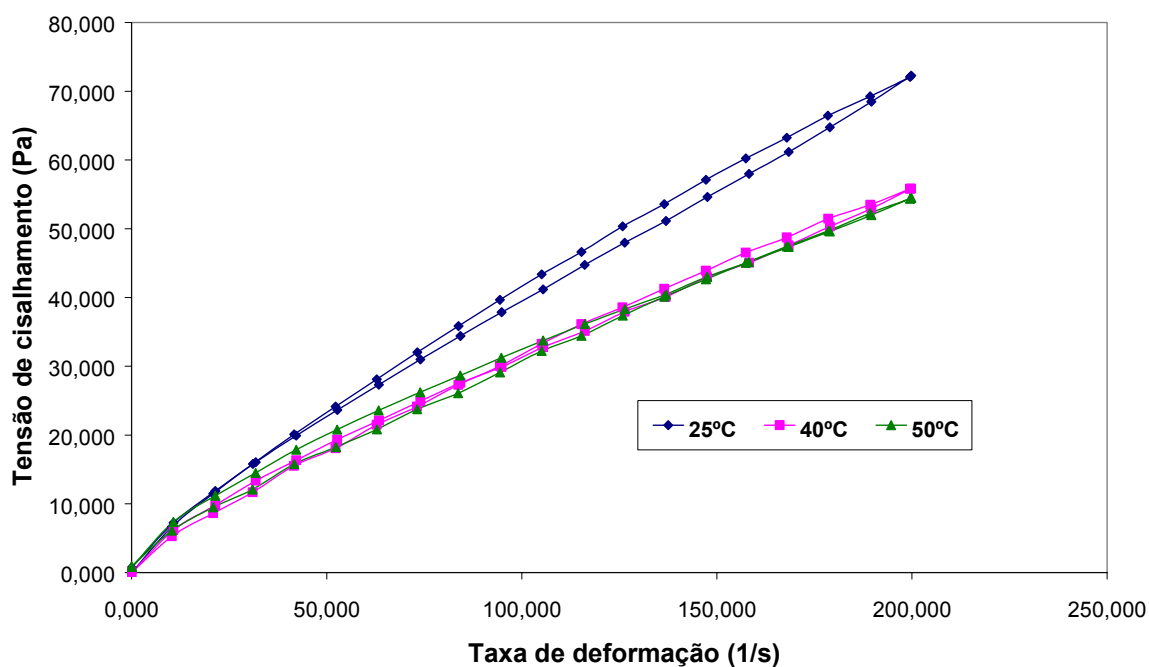


Figura 37 – Reograma da amostra MPT2

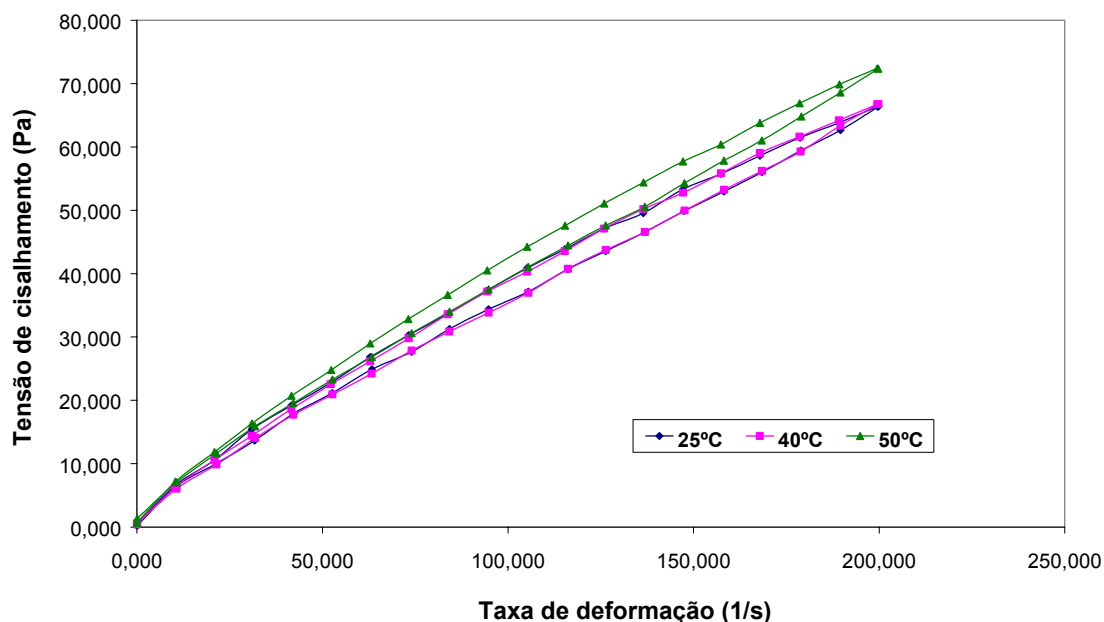


Figura 38 – Reograma da amostra MPT3

A Figura 36 mostra uma clara tendência na viscosidade aparente da amostra MPT1 a reduzir com o aumento da temperatura. Na amostra MPT2, para as temperaturas de 40 e 50°C, essa diferença se mostra menos acentuada, conforme pode ser visto na Figura 37. Já na amostra MPT3, de acordo com a Figura 38, a interferência da temperatura sobre a viscosidade aparente praticamente desaparece, sendo a curva correspondente à temperatura de 50°C levemente superior às curvas de 40 e 25°C.

As Figuras 39, 40 e 41 comparam as amostras MPT1 e PT1, MPT2 e PT2 e MPT3 e T3, respectivamente, mostrando a influência da adição de agentes encapsulantes em cada condição de obtenção da fase precipitada do extrato líquido de inulina sobre a viscosidade aparente da mesma.

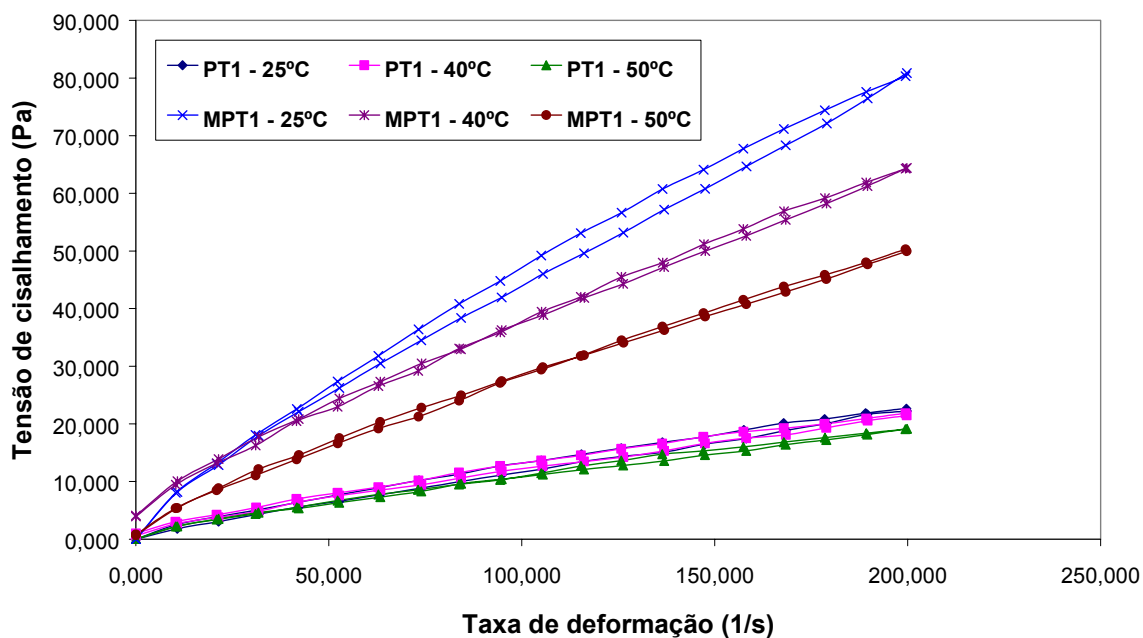


Figura 39 – Gráfico comparativo entre os reogramas das fases MPT1 e PT1

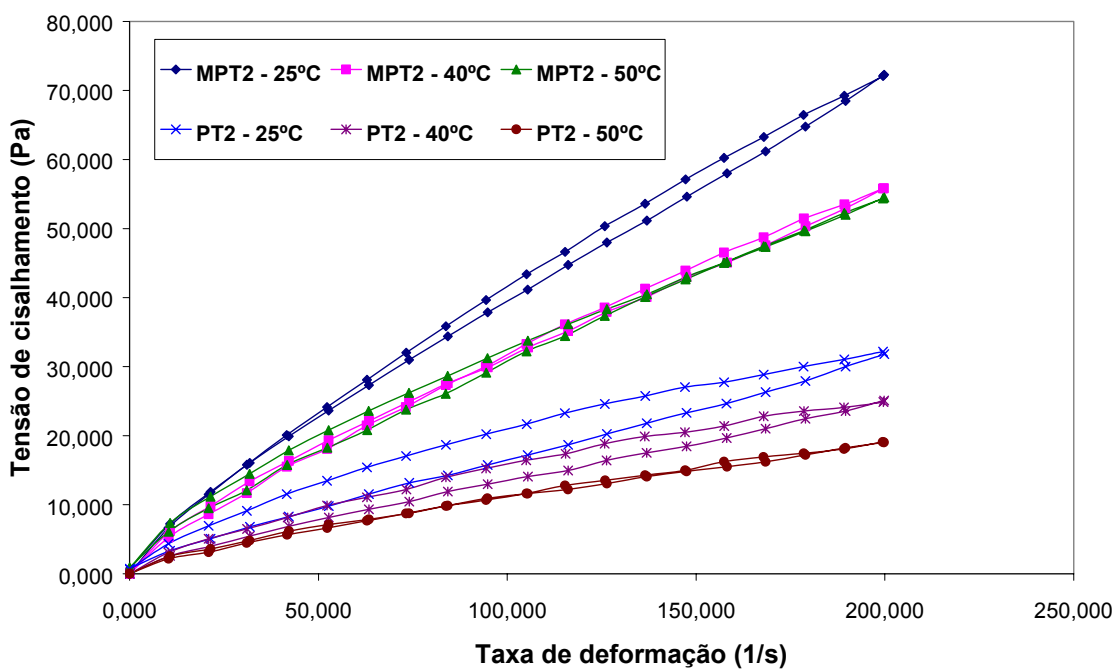


Figura 40 – Gráfico comparativo entre os reogramas das fases MPT2 e PT2

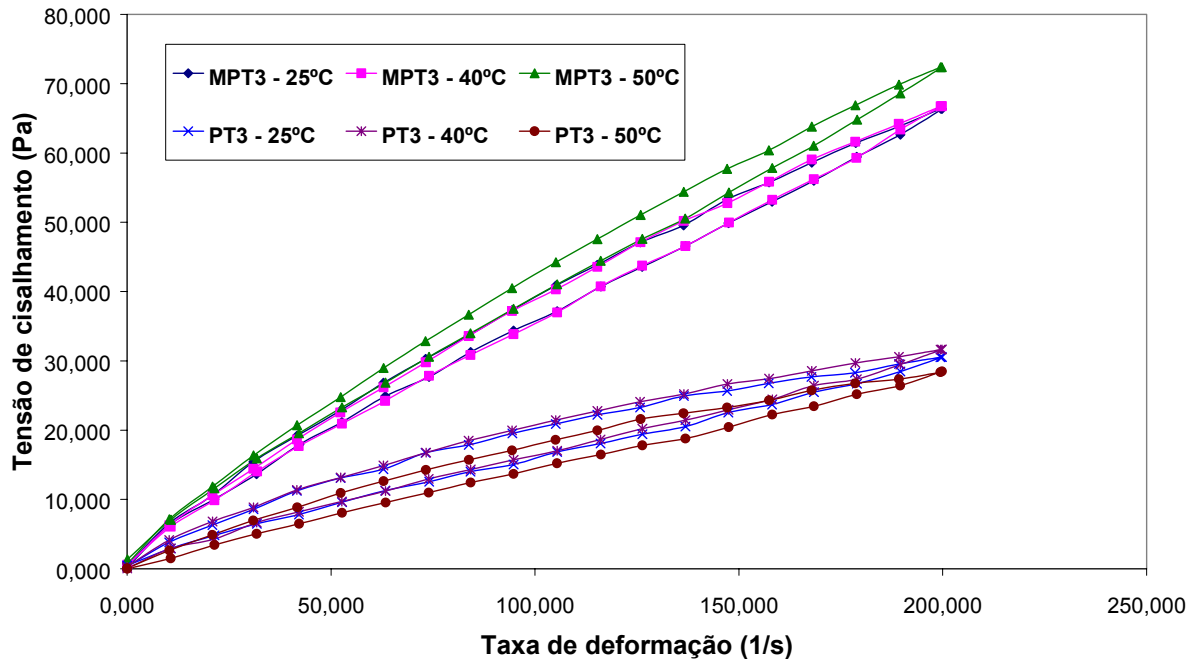


Figura 41 – Gráfico comparativo entre os reogramas das fases MPT3 e PT3

Observando-se as Figuras 39, 40 e 41, percebe-se que a adição de agentes encapsulantes, na proporção de 15% em peso, provocou aumento da ordem de 2 a 3,7 vezes na viscosidade aparente da fase precipitada do extrato líquido de inulina. Esse aumento pode ser explicado pelo aumento da concentração de sólidos totais e solúveis nas amostras, provocada pela adição de agentes encapsulantes.

A diferença entre as viscosidades aparentes das fases precipitadas puras e formuladas se mostrou menos pronunciada para taxas de deformação mais baixas, tendendo a aumentar com o aumento dessas.

Avaliando-se as Figuras 39, 40 e 41, percebe-se que a adição de material de parede teve maior influência sobre a magnitude das diferenças entre as viscosidades aparentes do que a temperatura em que as curvas foram determinadas. Isto é, a variação na viscosidade aparente devido à diferença de temperatura na faixa utilizada no presente trabalho, é insignificante em relação à variação na viscosidade aparente causada pela adição dos componentes formuladores. Esses resultados estão de acordo com os obtidos por NOGUEIRA (2001) para o extrato de inulina de raízes de chicória formulado com concentrações de material de parede variando entre 5 e 30%.

5.4.5.2 Teste de dependência com o tempo

Analisando-se os reogramas obtidos para as diferentes fases precipitadas (puras e formuladas) percebe-se, em alguns deles, a existência de uma pequena histerese entre as taxas de deformação crescentes e decrescentes. Nas amostras PT2 e PT3, conforme pode ser observado nas Figuras 26 e 27, essa histerese se torna mais evidente, principalmente para as temperaturas mais baixas.

Nas amostras correspondentes à fase sobrenadante, também é possível perceber a existência de uma leve histerese. Nas amostras ST1, entretanto, ela se torna mais acentuada, principalmente para a temperatura de 25°C.

A existência de histerese, em geral, indica a existência de dependência da viscosidade aparente com o tempo, havendo variação na tensão de cisalhamento para uma mesma taxa de deformação, de acordo com o tempo em que essa taxa é aplicada.

Para verificar se a diferença entre as viscosidades aparentes para as taxas de deformação crescente e decrescente realmente mostra uma dependência com o tempo, foram realizados os testes para verificar essa histerese.

Fase Sobrenadante:

Para a fase sobrenadante, o teste de dependência com o tempo foi realizado a uma temperatura de 25°C com a amostra obtida à temperatura de 8°C (ST1), que foi a condição em que se verificou maior histerese, conforme pode ser observado comparando-se as Figuras 29, 30 e 31.

A variação da taxa de deformação com o tempo, para as duas repetições realizadas, pode ser observada na Figura 42.

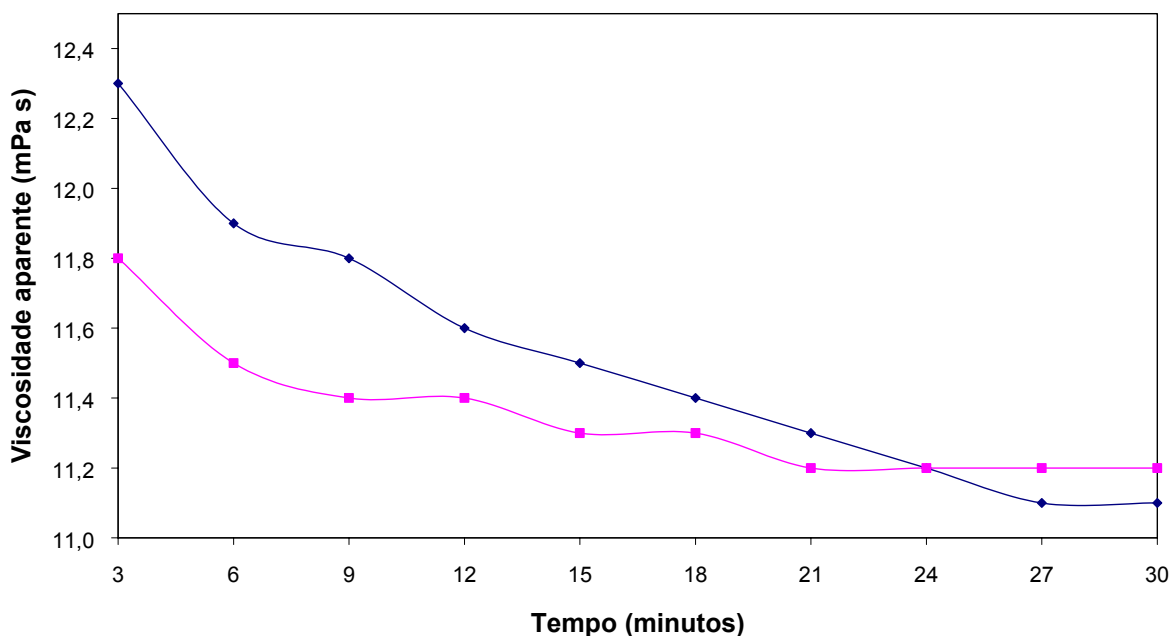


Figura 42 – Teste de dependência com o tempo para a amostra ST1 a 25°C, em duas repetições

Como a queda de viscosidade aparente ao longo de meia hora foi da ordem de 1mPa.s, é possível concluir que a fase sobrenadante não apresenta dependência com o tempo, uma vez que esse valor não é significativo em comparação à sensibilidade do equipamento empregado.

Fase Precipitada:

Para a fase precipitada, o teste de dependência com o tempo foi realizado a uma temperatura de 25°C com a amostra obtida à temperatura de -15°C (PT3), que foi a condição em que se verificou maior histerese, conforme pode ser observado comparando-se as Figuras 25, 26 e 27.

Para a análise de dependência do tempo da fase precipitada foram realizados testes com duas taxas de deformação distintas, $75s^{-1}$ e $200s^{-1}$, ao longo de 60 minutos, com 120 pontos coletados. Os resultados podem ser visualizados na Figura 43:

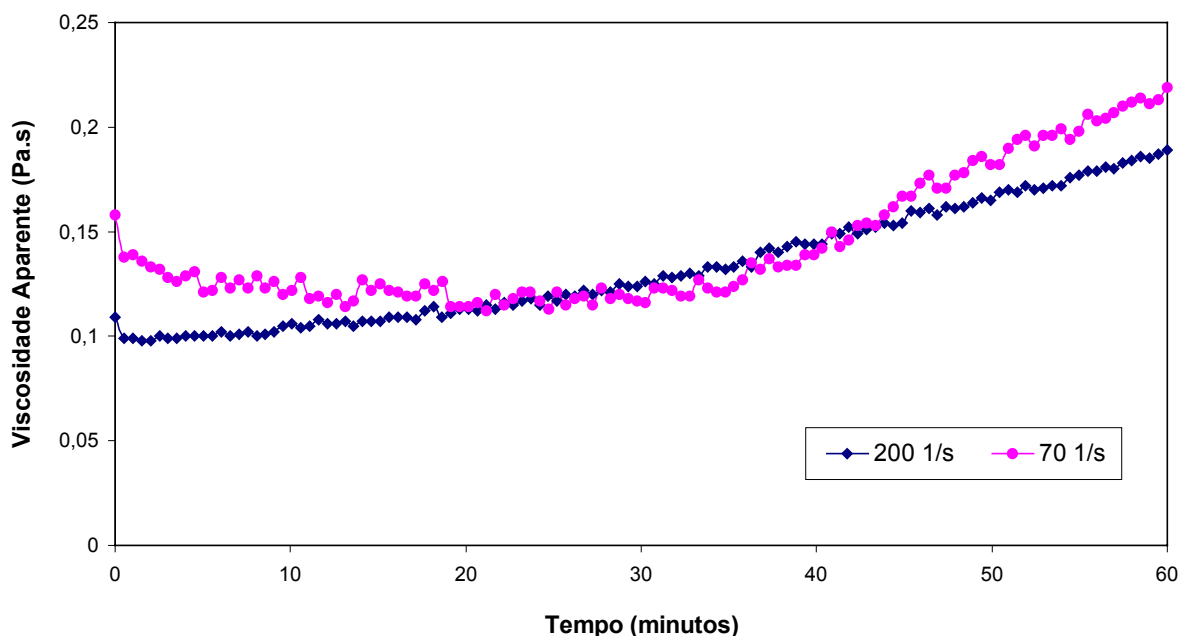


Figura 43 – Teste de dependência com o tempo para a amostra PT3 a 25°C, a duas taxas de deformação distintas.

Analisando-se a Figura 43, percebe-se a existência de um período de adaptação do material à taxa de deformação a que está sendo submetido. Durante esse período, observa-se uma queda na viscosidade aparente, a qual tende a ser mais pronunciada com a redução da taxa de deformação. Passado esse período, observa-se a existência de uma faixa de viscosidade aparente constante, seguida por uma ligeira ascensão da curva.

Avaliando-se as curvas obtidas, percebe-se um aumento da ordem de 0,1Pa.s na viscosidade aparente no período de 1 hora. Essa leve dependência da viscosidade aparente com o tempo, aliada com a existência de uma acomodação do material durante a execução do teste, não pode ser caracterizada como um fenômeno de histerese.

5.4.5.3 Modelagem matemática

Fase Precipitada:

As Figuras 44, 45 e 46 apresentam os reogramas com taxa de deformação crescente (ida) correspondentes à amostra da fase precipitada pura resfriada à temperatura de 8°C (T1), avaliada à temperatura de 25°C, analisados com os modelos matemáticos da Lei da Potência, Herschel-Bulkley e Casson, respectivamente. As Figuras 47, 48 e 49 mostram os reogramas com taxa de deformação decrescente (volta) obtidos para a mesma amostra, sob as mesmas condições. Os reogramas obtidos para as demais amostras e para as diferentes condições de análise reológica, correspondentes à fase precipitada pura, são apresentados no APÊNDICE 1.

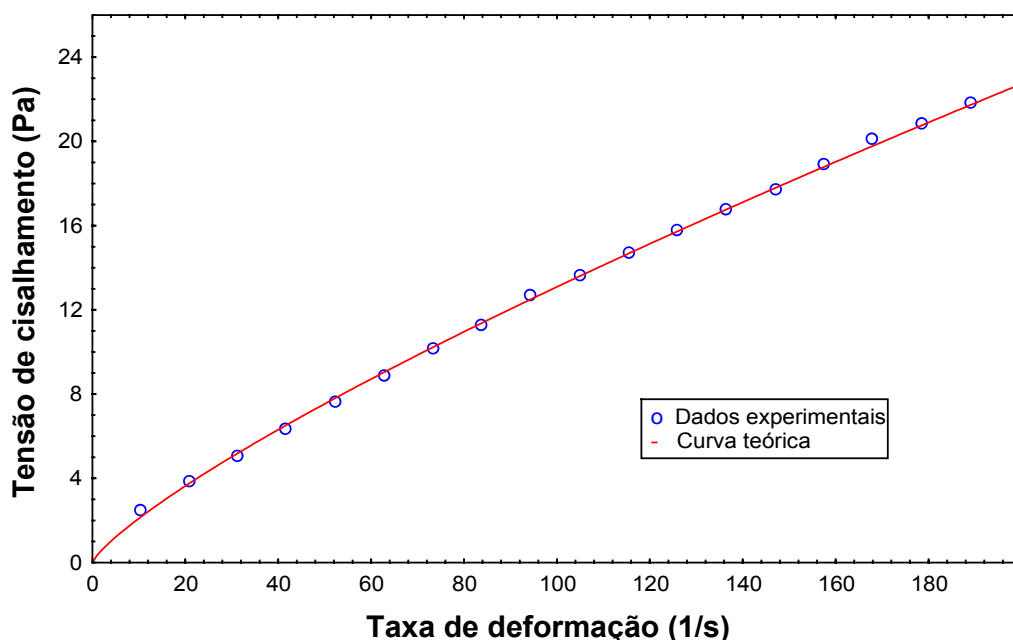


Figura 44 – Reograma à temperatura de 25°C para a fase precipitada correspondente à T1, utilizando o modelo matemático da Lei da Potência (ida)

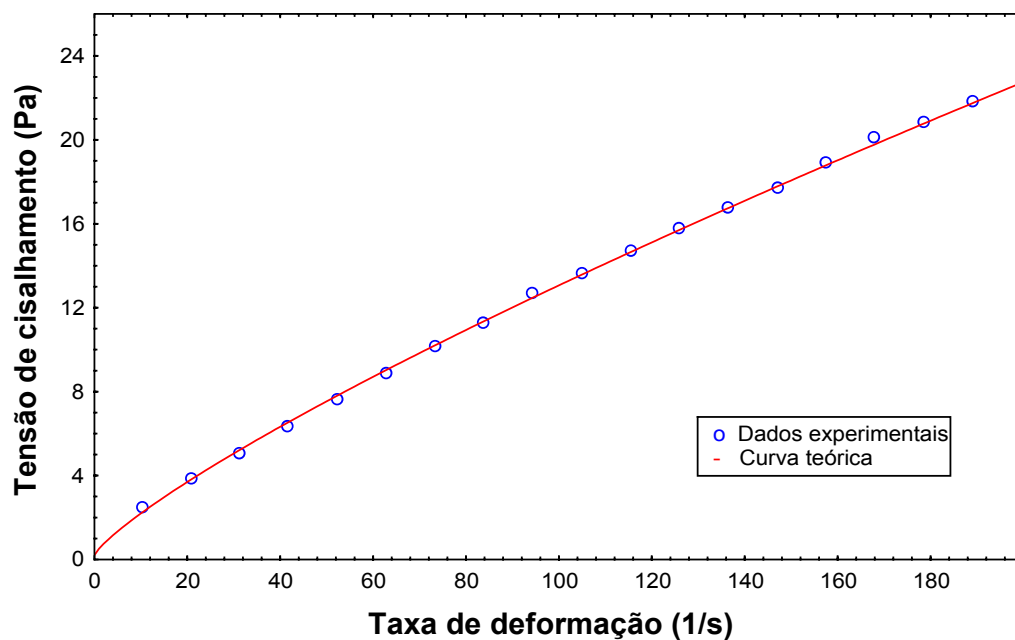


Figura 45 – Reograma à temperatura de 25°C para a fase precipitada correspondente à T1, utilizando o modelo matemático de Herschel-Bulkley (ida)

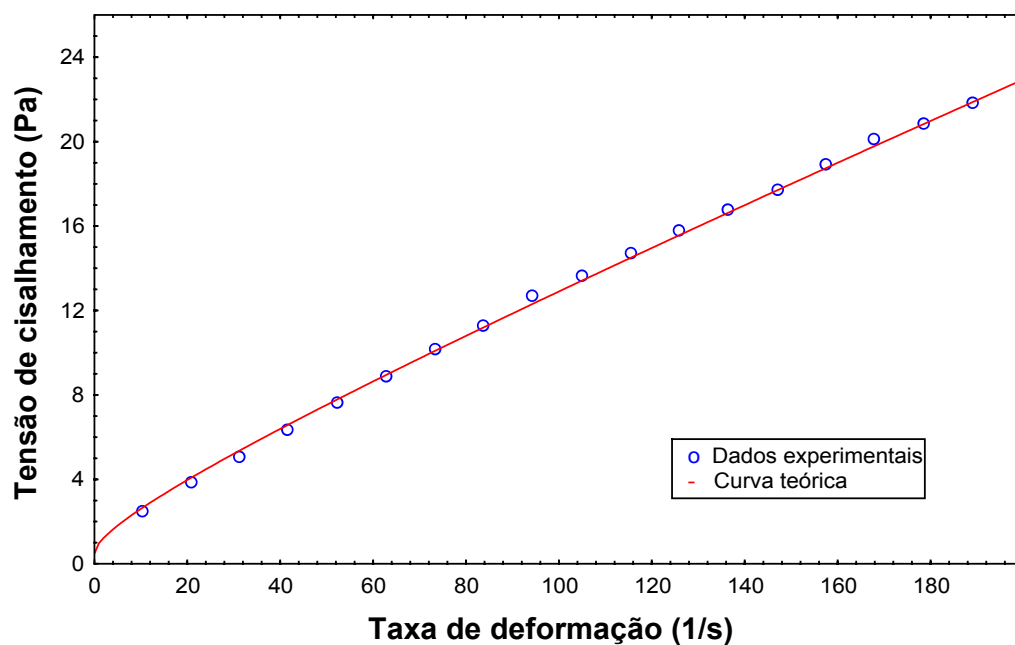


Figura 46 – Reograma à temperatura de 25°C para a fase precipitada correspondente à T1, utilizando o modelo matemático de Casson (ida)

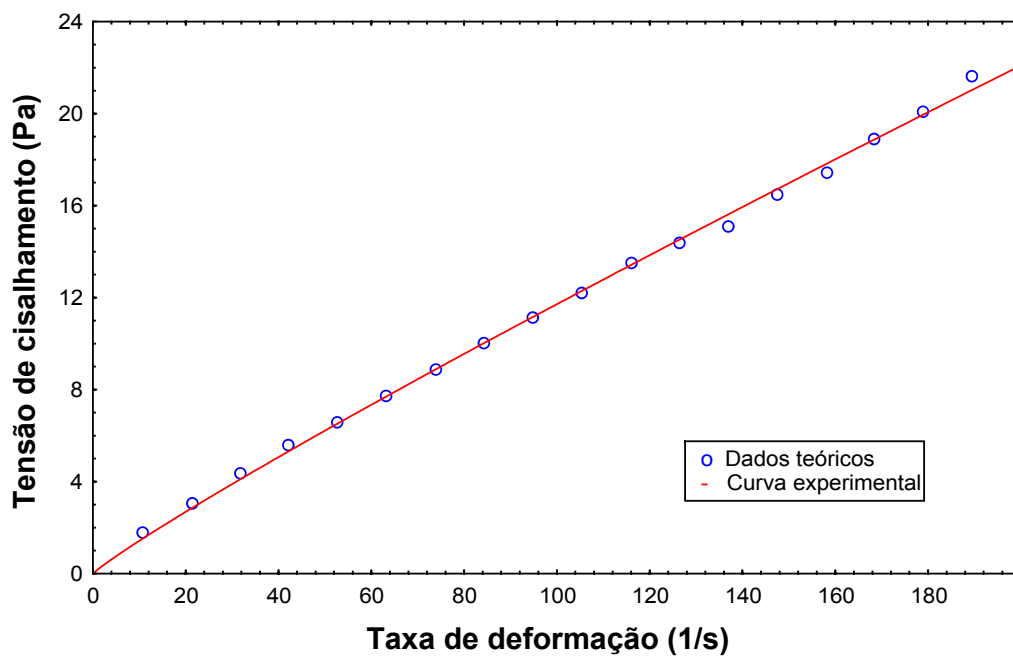


Figura 47 – Reograma à temperatura de 25°C para a fase precipitada correspondente à T1, utilizando o modelo matemático da Lei da Potência (volta)

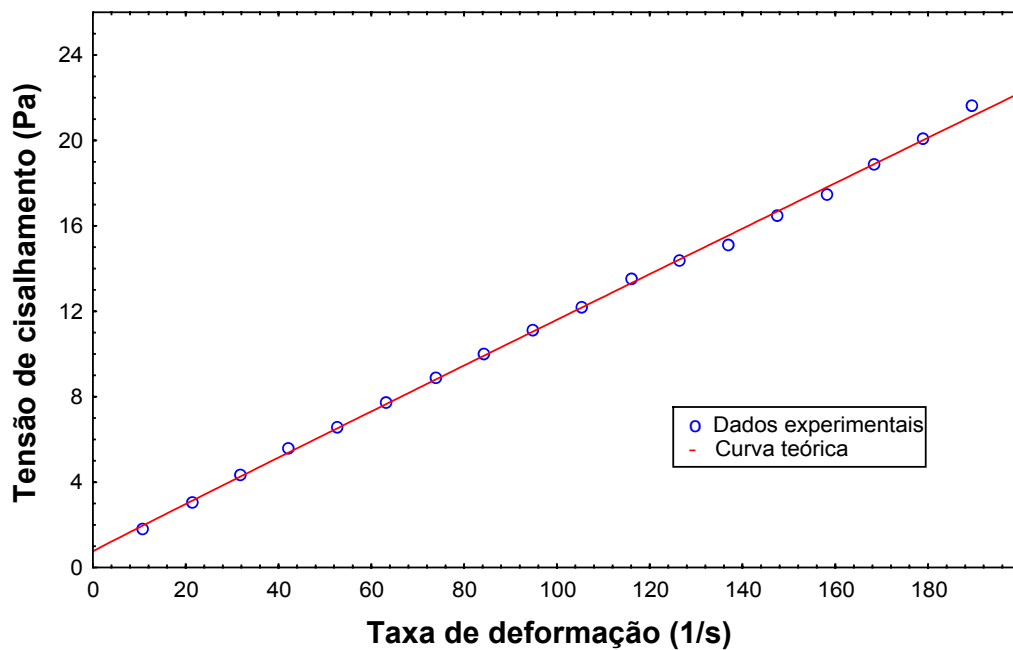


Figura 48 – Reograma à temperatura de 25°C para a fase precipitada correspondente à T1, utilizando o modelo matemático de Herschel-Bulkley (volta)

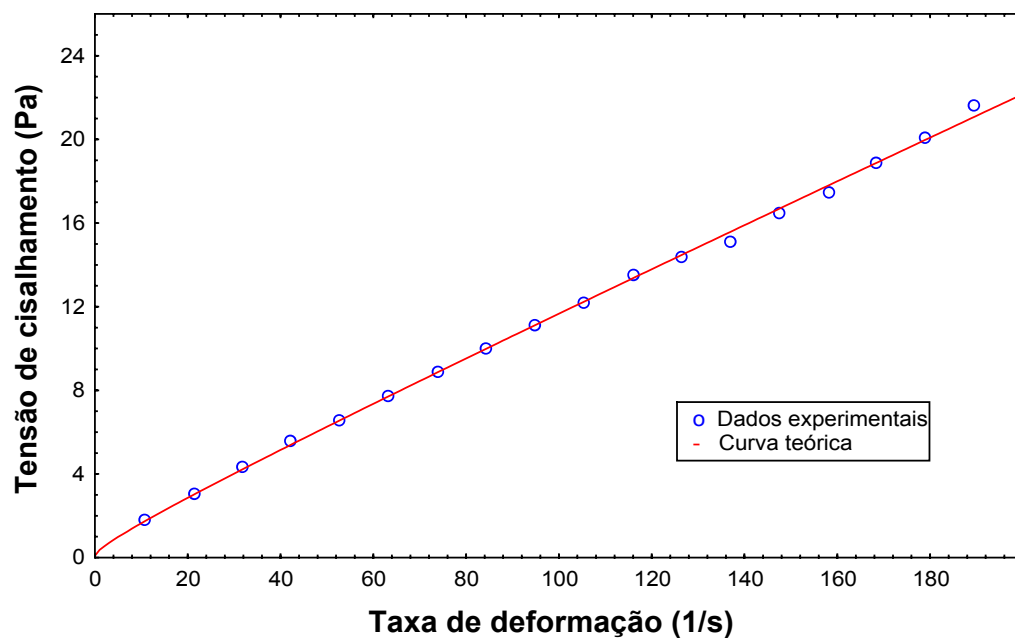


Figura 49 – Reograma à temperatura de 25°C para a fase precipitada correspondente à T1, utilizando o modelo matemático de Casson (volta)

O Quadro 18 mostra os coeficientes empíricos obtidos para cada modelo matemático testado para as diferentes temperaturas de obtenção e análise das amostras da fase precipitada. Os erros relativos médios correspondentes são apresentados no Quadro 19:

Quadro 18 – Coeficientes teóricos correspondentes aos modelos matemáticos utilizados na determinação do comportamento reológico a três diferentes temperaturas da fase precipitada obtida a diferentes temperaturas de resfriamento.

Tr (°C)	Tv (°C)	D	LP			HB				Ca		
			K	N	R ²	K _H	n _H	τ _{0H}	R ²	K _C	τ _{0C}	R ²
8	25	<i>Ida</i>	0,3348	0,7961	0,9996	0,3082	0,8110	0,2033	0,9996	0,2894	0,6983	0,9992
		<i>Volta</i>	0,1733	0,9150	0,9992	0,1151	0,9869	0,7627	0,9995	0,3121	0,2944	0,9994
	40	<i>Ida</i>	0,4500	0,7327	0,9993	0,3667	0,7673	0,5219	0,9994	0,2678	0,9141	0,9989
		<i>Volta</i>	0,3252	0,7871	0,9989	0,1854	0,8843	1,1632	0,9995	0,2759	0,7113	0,9995
	50	<i>Ida</i>	0,2974	0,7874	0,9993	0,2560	0,8130	0,3100	0,9993	0,2644	0,6740	0,9990
		<i>Volta</i>	0,2714	0,7996	0,9991	0,1590	0,8930	0,9770	0,9996	0,2633	0,6311	0,9996
-11	25	<i>Ida</i>	1,0446	0,6483	0,9991	1,7465	0,5652	-2,6481	0,9996	0,3020	1,4772	0,9956
		<i>Volta</i>	0,3083	0,8689	0,9983	0,1296	1,0215	2,2165	0,9995	0,3545	0,5476	0,9991
	40	<i>Ida</i>	0,6140	0,7026	0,9991	0,8242	0,6537	-1,0229	0,9993	0,2820	1,0894	0,9971
		<i>Volta</i>	0,2834	0,8409	0,9988	0,1551	0,9462	1,3261	0,9995	0,3100	0,5745	0,9994
	50	<i>Ida</i>	0,3150	0,7753	0,9995	0,3227	0,7712	-0,0529	0,9995	0,2613	0,7058	0,9988
		<i>Volta</i>	0,3730	0,7385	0,9992	0,2477	0,8086	0,8331	0,9995	0,2495	0,8226	0,9994
-15	25	<i>Ida</i>	1,0040	0,6475	0,9983	2,1399	0,5258	-3,9886	0,9994	0,2955	1,4407	0,9940
		<i>Volta</i>	0,3070	0,8616	0,9985	0,1568	0,9794	1,7154	0,9929	0,3459	0,5552	0,9992
	40	<i>Ida</i>	0,9971	0,6552	0,9992	1,6555	0,5227	-2,5525	0,9997	0,3024	1,4361	0,9959
		<i>Volta</i>	0,2945	0,8760	0,9987	0,1723	0,9701	1,4231	0,9992	0,3563	0,5026	0,9992
	50	<i>Ida</i>	0,6280	0,7234	0,9984	1,3362	0,5989	-3,2161	0,9995	0,3088	1,0587	0,9954
		<i>Volta</i>	0,1832	0,9480	0,9994	0,1639	0,9677	0,2632	0,9994	0,3596	0,1963	0,9994

Quadro 19 – Erro relativo médio correspondente a cada modelo matemático utilizado na determinação do comportamento reológico a três diferentes temperaturas da fase precipitada obtida a diferentes temperaturas de resfriamento.

T resfriamento	T determinação da viscosidade	Variação da taxa de deformação	ERM (%)		
			Lei da Potência	Herschel Bulkley	Casson
8°C	25°C	<i>Crescente</i>	1,77%	1,55%	2,11%
		<i>Decrescente</i>	2,45%	1,64%	1,23%
	40°C	<i>Crescente</i>	1,93%	1,71%	2,24%
		<i>Decrescente</i>	2,71%	1,69%	1,79%
	50°C	<i>Crescente</i>	2,11%	1,72%	2,03%
		<i>Decrescente</i>	2,98%	1,61%	1,48%
-11°C	25°C	<i>Crescente</i>	2,22%	1,53%	5,38%
		<i>Decrescente</i>	4,17%	1,80%	2,43%
	40°C	<i>Crescente</i>	1,82%	1,93%	4,37%
		<i>Decrescente</i>	3,04%	1,69%	1,36%
	50°C	<i>Crescente</i>	1,80%	1,82%	2,84%
		<i>Decrescente</i>	2,05%	1,52%	1,98%
-15°C	25°C	<i>Crescente</i>	3,38%	1,92%	6,62%
		<i>Decrescente</i>	3,37%	2,02%	1,67%
	40°C	<i>Crescente</i>	2,21%	1,40%	5,29%
		<i>Decrescente</i>	2,98%	2,47%	2,15%
	50°C	<i>Crescente</i>	2,79%	1,31%	4,43%
		<i>Decrescente</i>	2,21%	2,53%	2,48%

Avaliando-se os valores apresentados nos Quadros 18 e 19, nota-se que todos os modelos reológicos aplicados apresentaram coeficiente de determinação próximo de 1,0 e que os erros relativos médios foram todos inferiores a 10%, independentemente do modelo reológico aplicado. Esses fatos demonstram que houve um bom ajuste dos dados experimentais a todos os modelos analisados.

Avaliando-se os valores obtidos para os erros relativos médios, percebe-se que, na maior parte dos casos, o modelo de Herschel-Bulkley foi o que melhor se ajustou aos dados. Entretanto, como essa tendência não foi generalizada e todos os erros relativos situaram-se entre 1,2 e 6,6%, pode-se dizer que os três modelos utilizados descrevem bem o comportamento da fase precipitada do extrato líquido de inulina de chicória, para todas as condições de análise e obtenção.

A partir dos valores dos índices de comportamento dos modelos de Herschel-Bulkley e da Lei da Potência apresentados no Quadro 18, traçou-se o gráfico apresentado na Figura 50, onde é mostrada a variação do índice de comportamento em relação à unidade, para as diferentes condições das amostras correspondentes à fase precipitada.

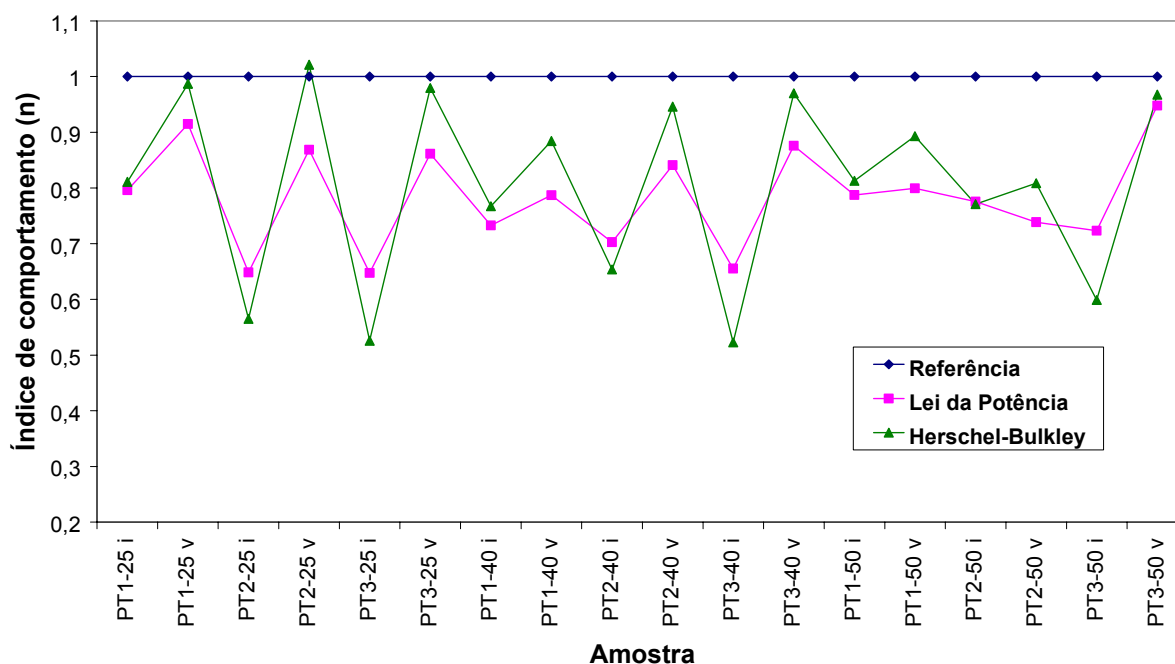


Figura 50 – Variação do índice de comportamento em relação à unidade para as diferentes condições de análise da fase precipitada.

Avaliando-se a Figura 50, nota-se que, para as amostras avaliadas com o modelo de Herschel-Bulkley, em todos os casos, exceto para a amostra PT2 a 25°C e taxa de deformação decrescente, os valores desse coeficiente foram inferiores a 1, situando-se entre 0,52 e 1,02. O mesmo ocorreu com todas as amostras avaliadas com o modelo da Lei da Potência, onde o coeficiente “n” variou entre 0,65 e 0,95. Esse fato indica um comportamento pseudoplástico do material, ou seja, uma tendência à redução da viscosidade com o aumento da taxa de deformação aplicada.

Observando-se a Figura 50 é possível observar ainda que, de uma maneira geral, o comportamento pseudoplástico se mostrou mais acentuado para os valores correspondentes à taxa de deformação crescente. Para as análises feitas com a taxa de deformação decrescente, o valor do índice de comportamento se apresentou mais próximo da unidade, de uma maneira geral.

No Quadro 18, percebe-se que, para o modelo de Herschel-Bulkley, em alguns casos a tensão inicial apresentou valores negativos. Esse fato não possui significado físico, tendo ocorrido devido ao ajuste da curva aos dados experimentais. Desse modo, o uso do modelo da Lei da Potência deve ser recomendado para ajuste dos dados experimentais.

Fase Sobrenadante:

As Figuras 51, 52 e 53 apresentam os reogramas com taxa de deformação crescente (ida) correspondentes à fase sobrenadante resfriada à temperatura de -15°C (T3), avaliada à temperatura de 40°C, analisados com os modelos matemáticos da Lei da Potência, Herschel-Bulkley e Casson, respectivamente. As Figuras 54, 55 e 56 mostram os reogramas com taxa de deformação decrescente (volta) obtidos para a mesma amostras, sob as mesmas condições. Os reogramas obtidos para as demais amostras e para as diferentes condições de análise reológica, correspondentes à fase sobrenadante, são apresentados no APÊNDICE 1.

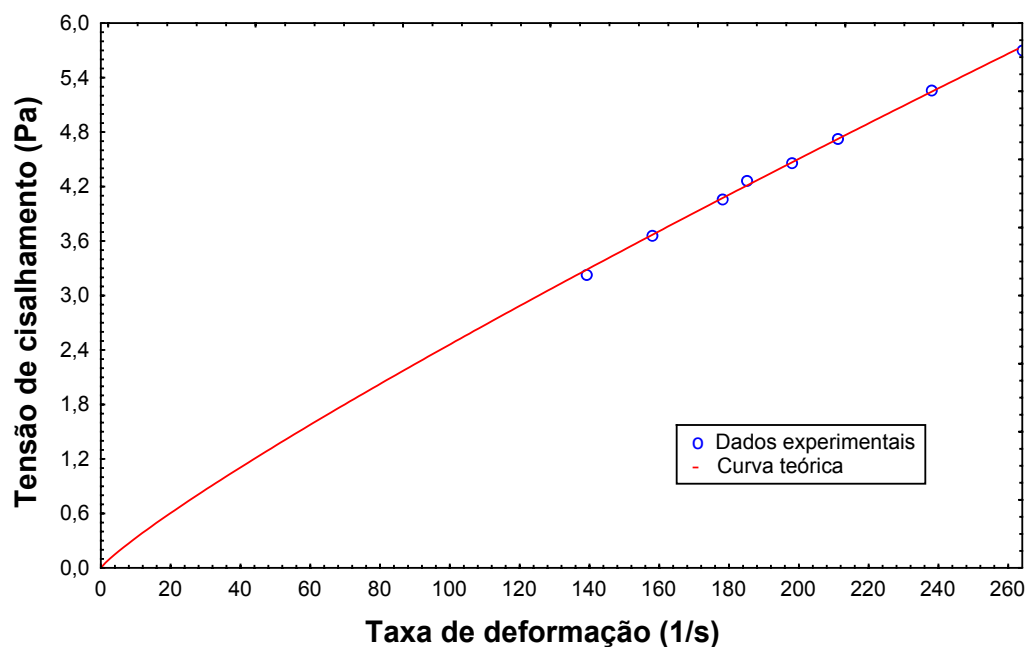


Figura 51 – Reograma à temperatura de 40°C para a fase sobrenadante correspondente à T3, utilizando o modelo matemático da Lei da Potência (ida)

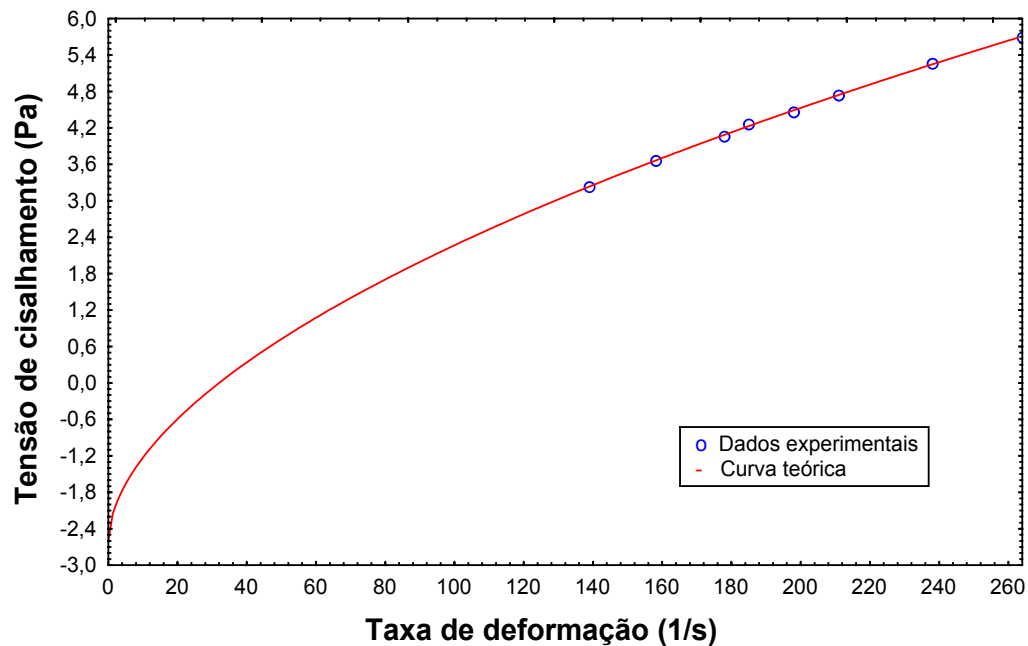


Figura 52 – Reograma à temperatura de 40°C para a fase sobrenadante correspondente à T3, utilizando o modelo matemático de Herschel-Bulkley (ida)

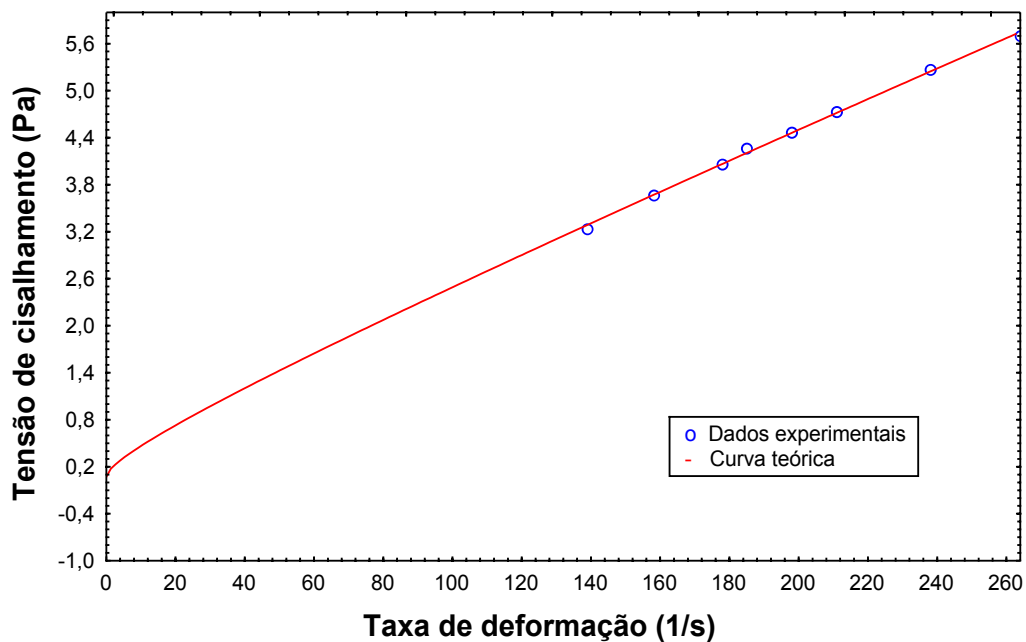


Figura 53 – Reograma à temperatura de 40°C para a fase sobrenadante correspondente à T3, utilizando o modelo matemático de Casson (ida)

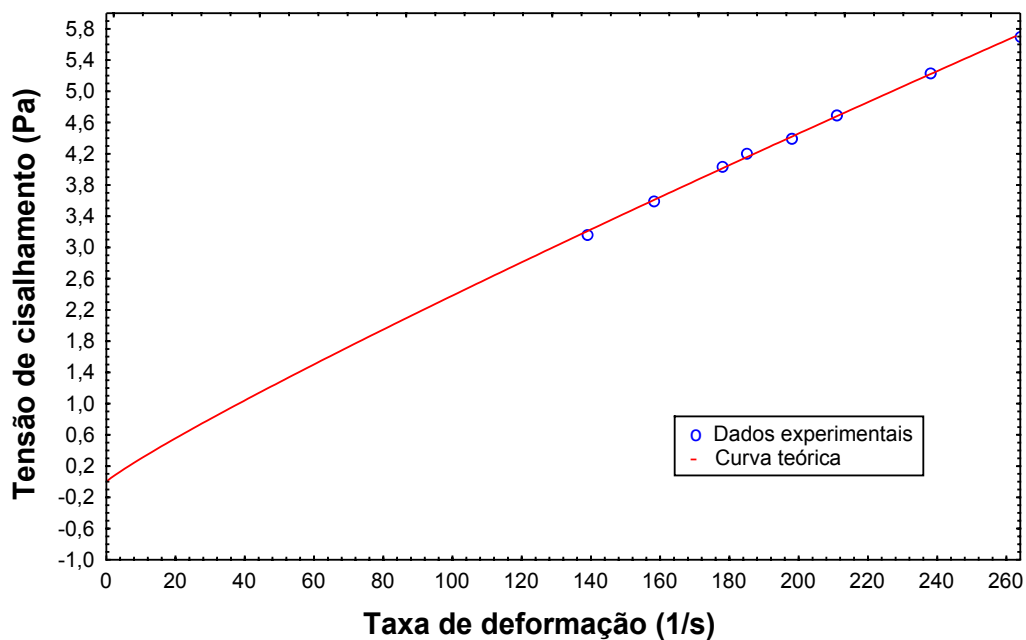


Figura 54 – Reograma à temperatura de 40°C para a fase sobrenadante correspondente à T3, utilizando o modelo matemático da Lei da Potência (volta)

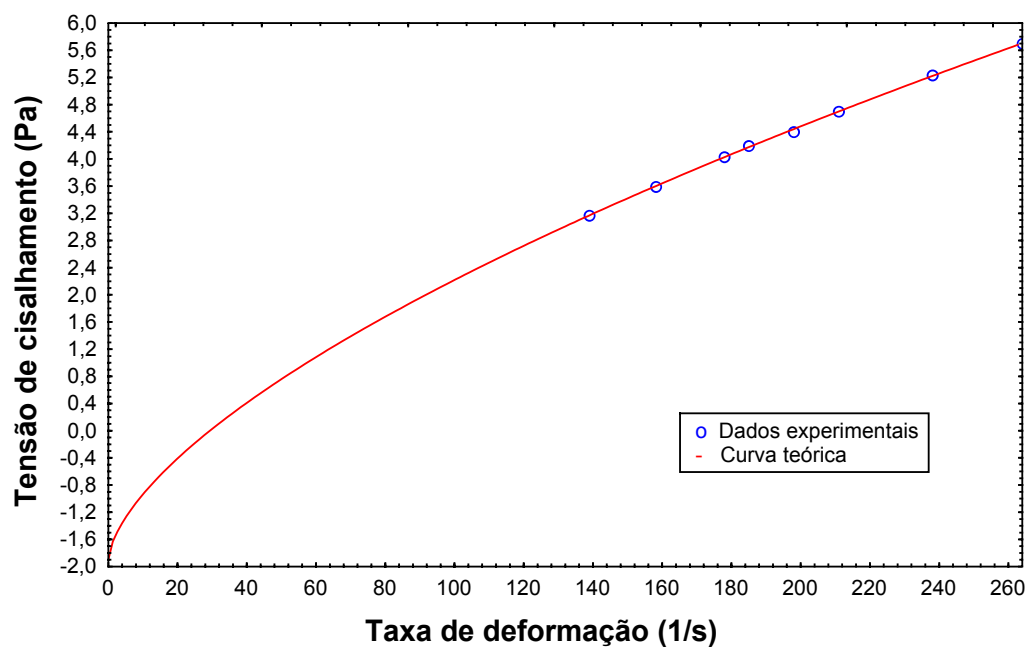


Figura 55 – Reograma à temperatura de 40°C para a fase sobrenadante correspondente à T3, utilizando o modelo matemático de Herschel-Bulkley (volta)

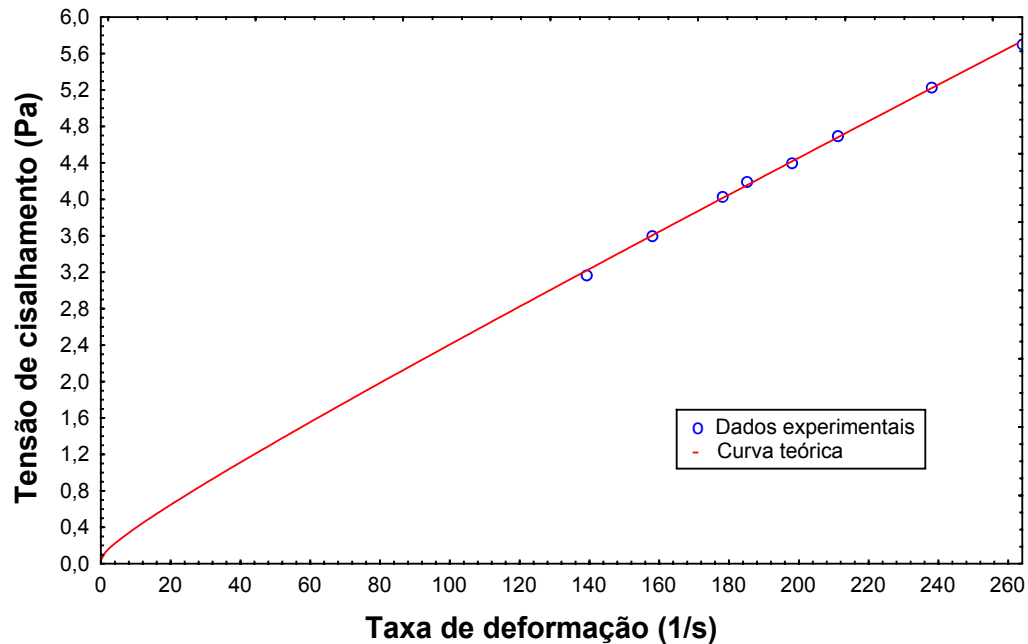


Figura 56 – Reograma à temperatura de 40°C para a fase sobrenadante correspondente à T3, utilizando o modelo matemático de Casson (volta)

No Quadro 20 são apresentados os coeficientes empíricos obtidos correspondentes a cada modelo matemático testado para as diferentes temperaturas de obtenção e análise das amostras da fase sobrenadante. Os erros relativos médios correspondentes são apresentados no Quadro 21.

Quadro 20 – Coeficientes teóricos correspondentes aos modelos matemáticos utilizados na determinação do comportamento reológico a três diferentes temperaturas da fase sobrenadante obtida a diferentes temperaturas de resfriamento.

Tr (°C)	Tv (°C)	D	LP			HB				Ca		
			K	N	R ²	K _H	n _H	τ _{0H}	R ²	K _C	τ _{0C}	R ²
8	25	Ida	0,1503	0,8926	0,9993	0,7023	0,6589	-5,9695	0,9996	0,2607	0,4365	0,9991
		Volta	0,0602	1,0566	0,9999	0,0967	0,9812	-1,2365	0,9999	0,3013	-0,2291	0,9999
	40	Ida	0,1271	0,8688	0,9998	0,0964	0,9118	0,5905	0,9998	0,2188	0,4649	0,9998
		Volta	0,0558	1,0159	0,9998	0,0583	1,0088	-0,0848	0,9998	0,2503	-0,0554	0,9922
	50	Ida	0,1740	0,7768	0,9910	0,0043	1,3679	4,5363	0,9959	0,1789	0,7328	0,9996
		Volta	0,0715	0,9364	0,9995	0,0123	1,2180	2,3270	0,9999	0,2113	0,2058	0,9990
-11	25	Ida	0,0743	0,8713	0,9987	0,0043	1,3276	2,5418	0,9998	0,1686	0,3549	0,9986
		Volta	0,0424	0,9736	0,9986	0,0159	1,1305	1,0096	0,9987	0,1867	0,0731	0,9996
	40	Ida	0,0276	0,9640	0,9996	0,0065	1,1950	0,8716	0,9999	0,1456	0,0788	0,9992
		Volta	0,0380	0,9078	0,9993	0,1202	0,7313	-1,1121	0,9995	0,1388	0,1967	0,9907
	50	Ida	0,1178	0,6752	0,9891	0,0001	1,7900	2,5773	0,9949	0,0980	0,6652	0,9996
		Volta	0,0913	0,7221	0,9958	0,0170	0,9815	1,0901	0,9961	0,1045	0,5659	0,9996
-15	25	Ida	0,0348	1,0001	0,9996	0,1467	0,7765	-1,9856	0,9998	0,1868	-0,0035	0,9995
		Volta	0,0277	1,0410	0,9995	0,1335	0,7957	-2,1395	0,9998	0,1933	-0,1114	0,9989
	40	Ida	0,0443	0,8722	0,9991	0,3839	0,5512	-2,5937	0,9997	0,1311	0,2673	0,9989
		Volta	0,0372	0,9036	0,9994	0,2246	0,6313	-1,8988	0,9997	0,1351	0,2003	0,9992
	50	Ida	0,0718	0,7476	0,9956	0,6171	0,4409	-2,5937	0,9962	0,1028	0,4857	0,9951
		Volta	0,0645	0,7647	0,9967	0,1816	0,6114	-0,9178	0,9968	0,1043	0,4495	0,9964

Quadro 21 – Erro relativo médio correspondente a cada modelo matemático utilizado na determinação do comportamento reológico a três diferentes temperaturas da fase sobrenadante obtida a diferentes temperaturas de resfriamento

T resfriamento	T determinação da viscosidade	Variação da taxa de deformação	ERM (%)		
			Lei da Potência	Herschel Bulkley	Casson
8°C	25°C	<i>Crescente</i>	0,62%	0,46%	0,68%
		<i>Decrescente</i>	0,25%	0,22%	0,24%
	40°C	<i>Crescente</i>	0,26%	0,27%	0,28%
		<i>Decrescente</i>	0,33%	0,33%	0,33%
	50°C	<i>Crescente</i>	1,80%	1,09%	1,68%
		<i>Decrescente</i>	0,56%	0,30%	0,51%
-10°C	25°C	<i>Crescente</i>	0,79%	0,31%	0,71%
		<i>Decrescente</i>	0,93%	0,80%	0,92%
	40°C	<i>Crescente</i>	0,49%	0,22%	0,46%
		<i>Decrescente</i>	0,58%	0,56%	0,62%
	50°C	<i>Crescente</i>	1,74%	1,07%	1,56%
		<i>Decrescente</i>	1,06%	1,11%	1,08%
-15°C	25°C	<i>Crescente</i>	0,52%	0,34%	0,52%
		<i>Decrescente</i>	0,70%	0,42%	0,67%
	40°C	<i>Crescente</i>	0,54%	0,35%	0,61%
		<i>Decrescente</i>	0,59%	0,27%	0,64%
	50°C	<i>Crescente</i>	1,17%	0,95%	1,26%
		<i>Decrescente</i>	1,04%	1,02%	1,10%

Avaliando-se os Quadros 20 e 21, nota-se que os coeficientes de determinação foram todos próximos de 1,0 e que os erros relativos médios, em sua grande maioria, se mostraram inferiores a 1%, independentemente do modelo matemático utilizado. Esse fato mostra um ajuste quase perfeito dos dados experimentais aos modelos teóricos propostos.

Para o modelo de Herschel-Bulkley, assim como para o de Casson, observa-se uma forte tendência da tensão inicial em apresentar valores negativos, desaconselhando o seu uso para ajuste das curvas experimentais.

A partir dos valores dos índices de comportamento dos modelos de Herschel-Bulkley e da Lei da Potência apresentados no Quadro 20, traçou-se o gráfico apresentado na Figura 57, onde é mostrada a variação do índice de comportamento em relação à unidade, para as diferentes condições das amostras correspondentes à fase sobrenadante.

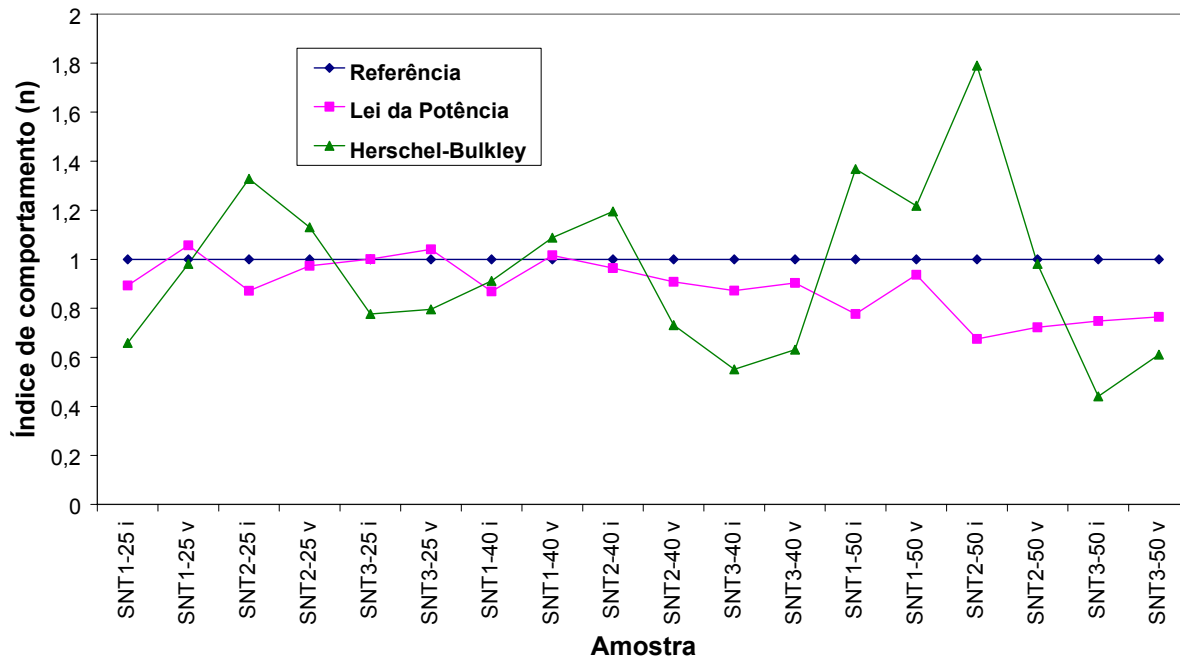


Figura 57 – Variação do índice de comportamento em relação à unidade para as diferentes condições de análise da fase sobrenadante.

Analisando-se a Figura 57, nota-se que, para a fase sobrenadante, as amostras ajustadas ao modelo da Lei da Potência apresentaram o índice de comportamento próximo a 1,0, porém, na maior parte dos casos, inferior à unidade, variando entre 0,67 a 1,06, o que demonstra um comportamento pseudoplástico. Entretanto, para as amostras ajustadas de acordo com o modelo de Herschel-Bulkley, esse comportamento não pode ser classificado como um padrão da fase sobrenadante, já que o índice de comportamento variou de 0,61 a 1,80, havendo um número considerável de casos com comportamento dilatante, o que confirma que o uso desse modelo reológico não é aconselhável para o caso em estudo.

Fase precipitada formulada:

As Figuras 58, 59 e 60 apresentam os reogramas com taxa de deformação crescente (ida) correspondentes à amostra da fase precipitada formulada resfriada à temperatura de -15°C (T3), avaliada à temperatura de 50°C , analisados com os modelos matemáticos da Lei da Potência (LP), Herschel-Bulkley (HB) e Casson (C), respectivamente. As Figuras 61, 62 e 63 mostram os reogramas com taxa de deformação decrescente (volta) obtidos para as mesmas amostras, sob as mesmas condições. Os reogramas obtidos para as demais amostras e para as diferentes condições de análise reológica, correspondentes à fase precipitada formulada, são apresentados no APÊNDICE 1.

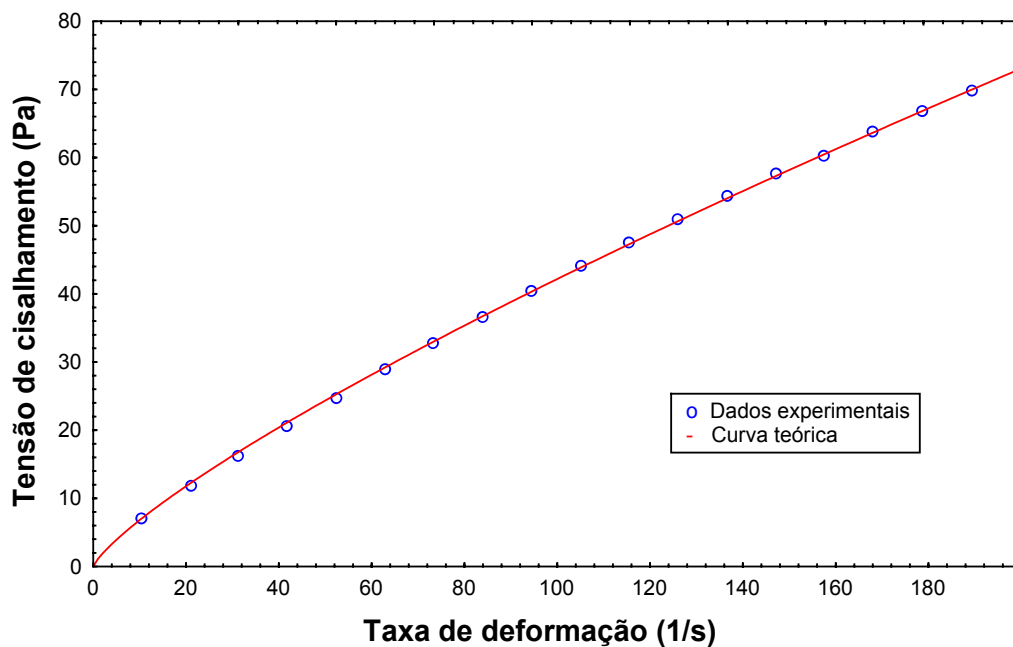


Figura 58 – Reograma à temperatura de 50°C para a fase precipitada formulada correspondente à T3, utilizando o modelo matemático da Lei da Potência (ida)

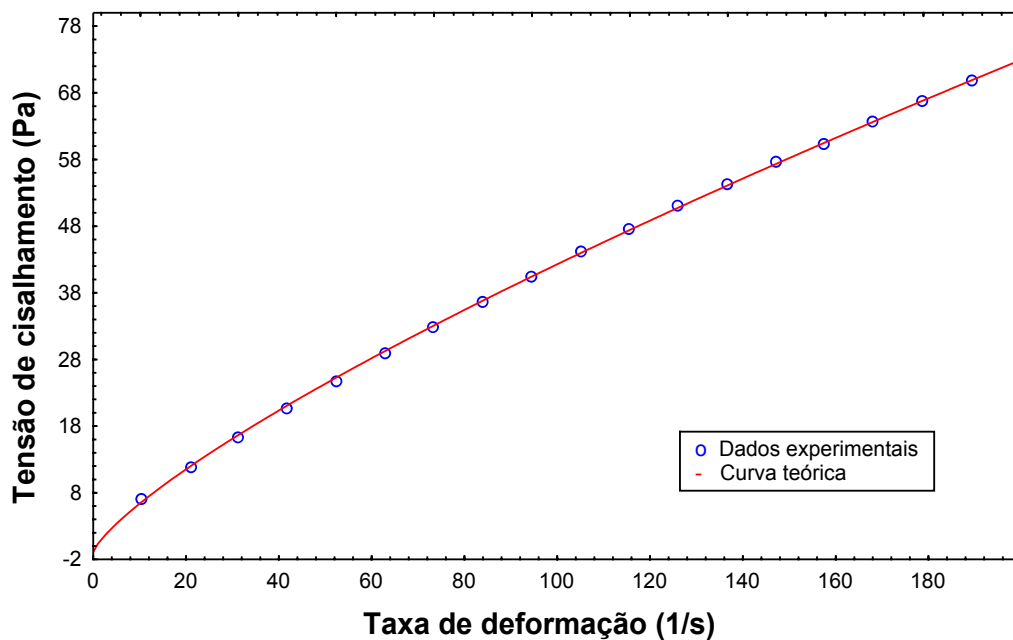


Figura 59 – Reograma à temperatura de 50°C para a fase precipitada formulada correspondente à T3, utilizando o modelo matemático de Herschel-Bulkley (ida)

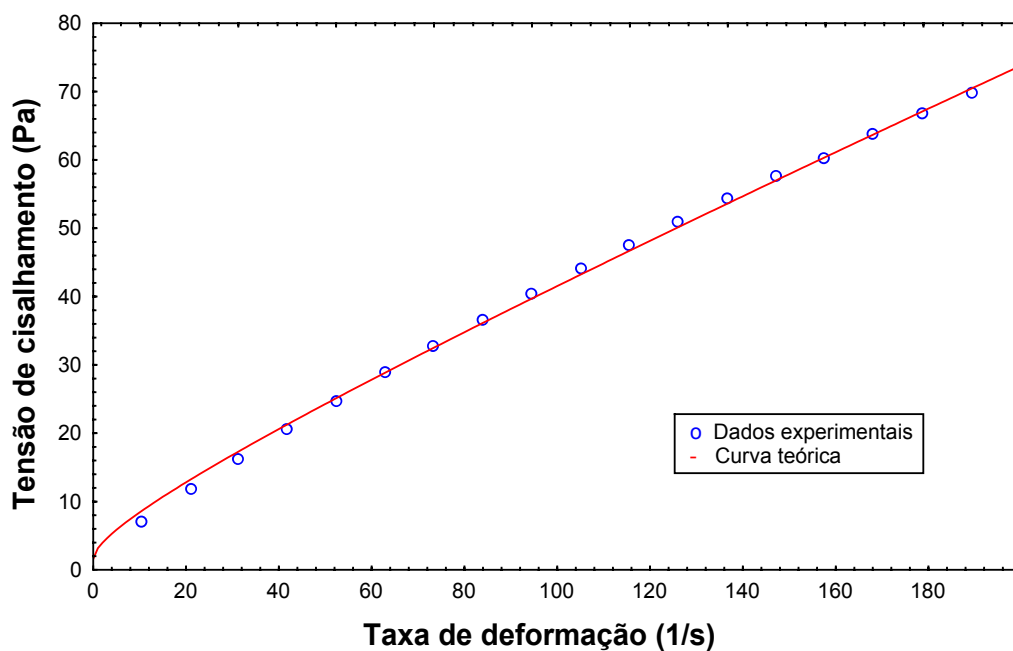


Figura 60 – Reograma à temperatura de 50°C para a fase precipitada formulada correspondente à T3, utilizando o modelo matemático de Casson (ida)

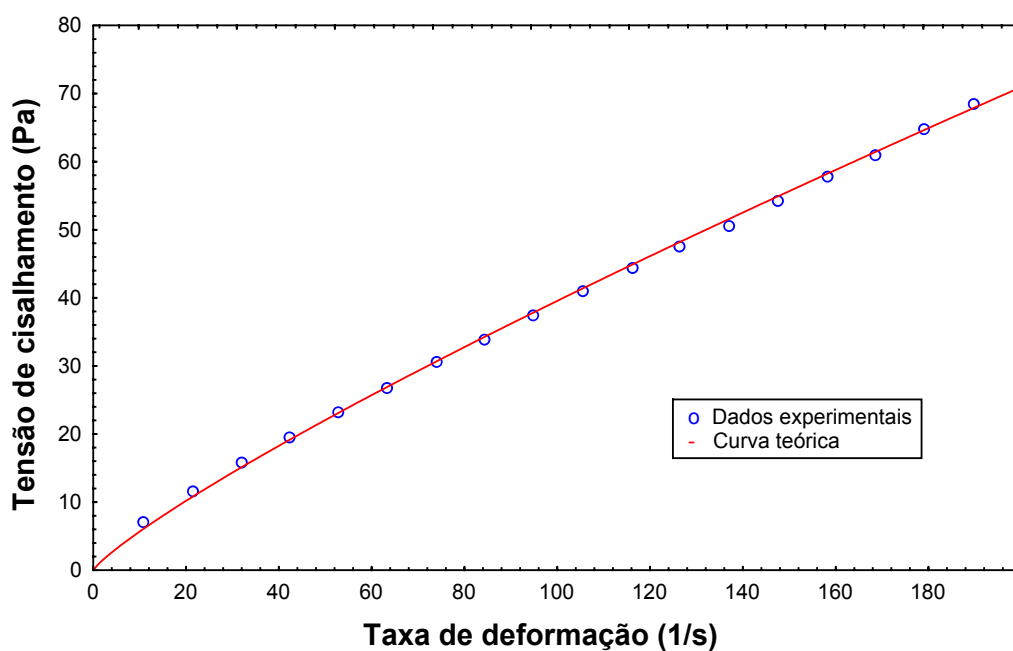


Figura 61 – Reograma à temperatura de 50°C para a fase precipitada formulada correspondente à T3, utilizando o modelo matemático da Lei da Potência (volta)

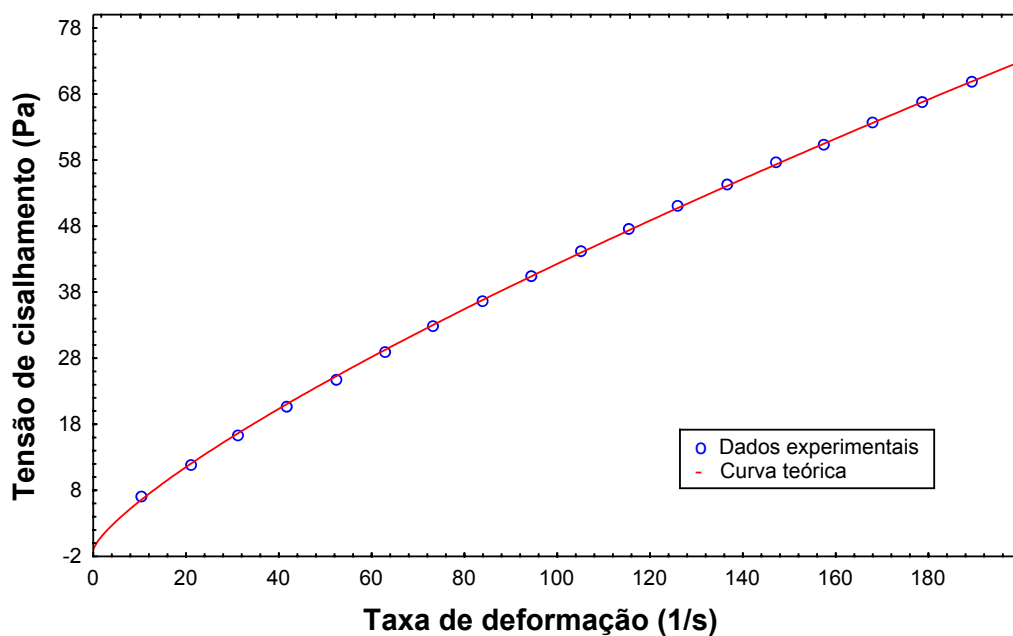


Figura 62 – Reograma à temperatura de 50°C para a fase precipitada formulada correspondente à T3, utilizando o modelo matemático de Herschel-Bulkley (volta)

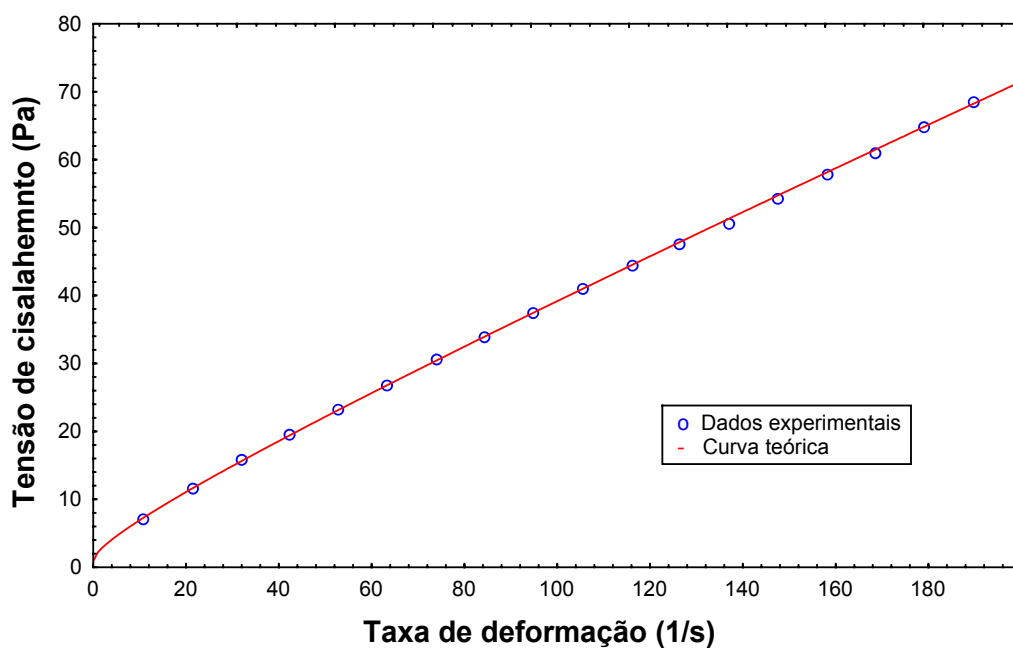


Figura 63 – Reograma à temperatura de 50°C para a fase precipitada formulada correspondente à T3, utilizando o modelo matemático de Casson (volta)

No Quadro 22 são apresentados os coeficientes empíricos obtidos correspondentes a cada modelo matemático testado para as diferentes temperaturas de obtenção e análise das amostras da fase precipitada formulada. Os erros relativos médios correspondentes são apresentados no Quadro 23:

Quadro 22 – Coeficientes teóricos correspondentes aos modelos matemáticos utilizados na determinação do comportamento reológico a três diferentes temperaturas da fase precipitada formulada obtida a diferentes temperaturas de resfriamento.

Tr (°C)	Tv (°C)	D	LP			HB				Ca		
			K	N	R ²	K _H	n _H	τ _{0H}	R ²	K _C	τ _{0C}	R ²
8	25	Ida	1,1862	0,7982	0,9998	1,3074	0,7816	-0,8870	0,9998	0,5498	1,2944	0,9991
		Volta	0,9485	0,8351	0,9995	0,6114	0,9116	3,2592	0,9998	0,5568	1,0607	0,9998
	40	Ida	1,2245	0,7473	0,9991	0,6356	0,8596	4,3967	0,9998	0,4635	1,5008	0,9998
		Volta	1,4205	0,7148	0,9984	0,5748	0,8704	5,8365	0,9998	0,4457	1,6731	0,9998
	50	Ida	0,6425	0,8229	0,9997	0,4724	0,8759	1,5435	0,9998	0,4389	0,9105	0,9998
		Volta	0,7900	0,7800	0,9997	0,6130	0,8237	1,3018	0,9998	0,4210	1,1071	0,9997
-11	25	Ida	0,9834	0,8123	0,9999	1,0624	0,7991	-0,6129	0,9999	0,5256	1,1351	0,9994
		Volta	0,8688	0,8309	0,9996	0,5718	0,9137	2,8090	0,9999	0,5254	1,0280	0,9999
	40	Ida	0,7034	0,8270	0,9998	0,7123	0,8249	-0,0743	0,9998	0,4676	0,9201	0,9994
		Volta	0,8311	0,7906	0,9995	0,5562	0,8599	2,2160	0,9998	0,4471	1,1202	0,9998
	50	Ida	0,7344	0,8128	0,9996	0,4959	0,8805	2,1302	0,9999	0,4527	1,0076	0,9997
		Volta	1,2050	0,7166	0,9997	0,8593	0,7741	2,0787	0,9999	0,4150	1,5153	0,9989
-15	25	Ida	1,0353	0,7871	0,9998	1,2075	0,7610	-1,1866	0,9998	0,4944	1,2392	0,9998
		Volta	0,7142	0,8519	0,9996	0,4955	0,9156	2,2101	0,9998	0,5121	0,8602	0,9998
	40	Ida	0,9392	0,8068	0,9998	1,0903	0,7813	-1,1240	0,9998	0,5043	1,1221	0,9991
		Volta	0,6673	0,8659	0,9995	0,4503	0,9346	2,3341	0,9998	0,5190	0,7845	0,9998
	50	Ida	1,0958	0,7927	0,9999	1,2212	0,7742	-0,8951	0,9999	0,5184	1,2610	0,9991
		Volta	0,8140	0,8433	0,9994	0,5118	0,9242	3,0354	0,9998	0,5303	0,9564	0,9998

Quadro 23 – Erro relativo médio correspondente a cada modelo matemático utilizado na determinação do comportamento reológico a três diferentes temperaturas da fase precipitada formulada com, obtida a diferentes temperaturas de resfriamento

T resfriamento	T determinação da viscosidade	Variação da taxa de deformação	ERM		
			Lei da Potência	Herschel Bulkley	Casson
8°C	25°C	<i>Crescente</i>	1,25%	1,33%	2,94%
		<i>Decrescente</i>	2,12%	1,16%	0,88%
	40°C	<i>Crescente</i>	2,85%	0,96%	1,13%
		<i>Decrescente</i>	3,07%	0,83%	0,68%
	50°C	<i>Crescente</i>	1,96%	0,88%	0,89%
		<i>Decrescente</i>	1,25%	0,97%	1,74%
-10°C	25°C	<i>Crescente</i>	0,71%	0,81%	2,67%
		<i>Decrescente</i>	2,03%	0,97%	0,78%
	40°C	<i>Crescente</i>	1,29%	1,30%	2,19%
		<i>Decrescente</i>	1,84%	1,05%	1,22%
	50°C	<i>Crescente</i>	2,21%	0,88%	0,83%
		<i>Decrescente</i>	1,31%	0,56%	1,73%
-15°C	25°C	<i>Crescente</i>	1,07%	1,35%	3,30%
		<i>Decrescente</i>	2,00%	1,12%	1,04%
	40°C	<i>Crescente</i>	1,13%	1,26%	3,11%
		<i>Decrescente</i>	2,14%	1,36%	0,98%
	50°C	<i>Crescente</i>	0,85%	0,65%	2,09%
		<i>Decrescente</i>	2,29%	1,17%	0,75%

Observando-se os valores apresentados nos Quadros 22 e 23, nota-se que todos os modelos reológicos aplicados apresentaram coeficiente de determinação (R^2) próximo de 1,0 e que os erros relativos médios foram todos inferiores a 10%, independentemente do modelo reológico aplicado. Esses fatos demonstram que houve um bom ajuste dos dados experimentais a todos os modelos, ou seja, que as variações na tensão de cisalhamento podem ser explicadas pelas variações na taxa de deformação através dos modelos matemáticos propostos.

Avaliando-se os valores obtidos para os erros relativos médios, percebe-se que não há um modelo matemático que tenha apresentado melhores resultados que os demais, de uma maneira geral. Todos os erros relativos foram inferiores a 10%, situando-se entre 3,30 e 0,65%. Desse modo, não é possível afirmar que a fase precipitada formulada do extrato líquido de inulina, obtida sob diferentes condições de resfriamento, segue um comportamento descrito por um modelo matemático específico.

A partir dos valores dos índices de comportamento dos modelos de Herschel-Bulkley e da Lei da Potência apresentados no Quadro 22, traçou-se o gráfico apresentado na Figura 64, onde é mostrada a variação do índice de comportamento em relação à unidade, para as diferentes condições das amostras correspondentes à fase precipitada formulada.

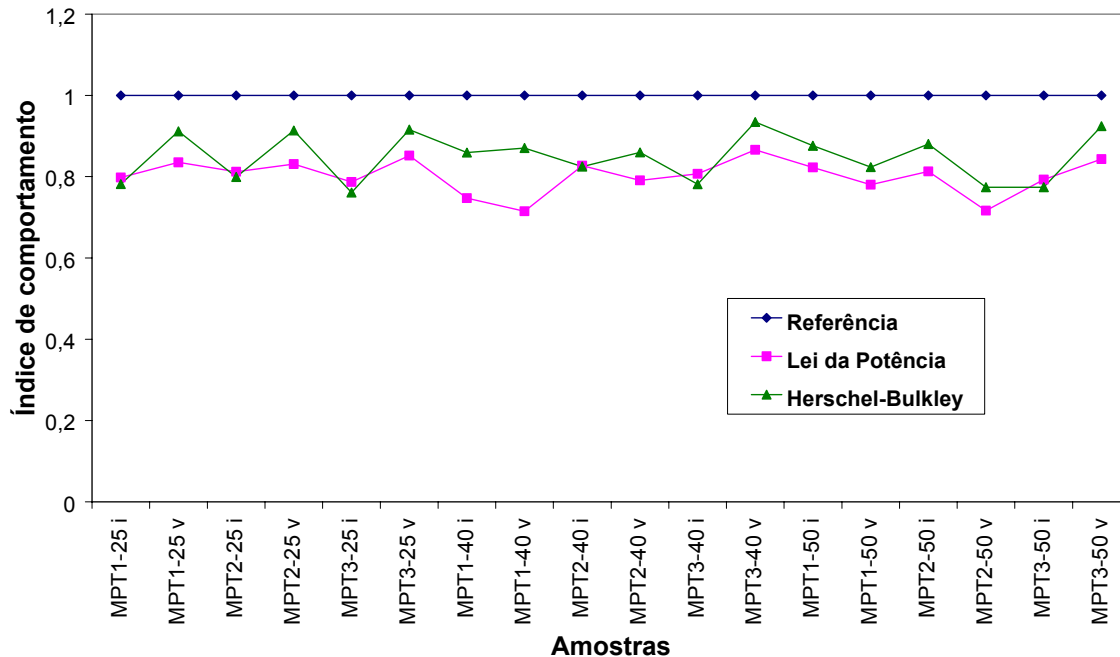


Figura 64 – Variação do índice de comportamento em relação à unidade para as diferentes condições de análise da fase precipitada formulada.

Avaliando-se a Figura 64 nota-se que os índices de comportamento referentes aos modelos de Herschel-Bulkley e da Lei da Potência, em todos os casos, analogamente ao ocorrido com as amostras da fase precipitada pura, apresentaram valores inferiores a 1, variando entre 0,72 e 0,85 para os ajustes feitos de acordo com o modelo da Lei da Potência e entre 0,76 e 0,92 para os ajustes feitos de acordo com o modelo de Herschel-Bulkley. Esse fato demonstra uma tendência ao comportamento pseudoplástico. Assim como nas amostras correspondentes à fase precipitada pura, a tendência a esse tipo de comportamento se mostrou mais acentuada no ajuste dos dados coletados à taxa de deformação crescente, mostrando uma falsa dependência do tempo, conforme discutido anteriormente.

A tensão inicial prevista pelo modelo de Herschel-Bulkley, conforme pode ser visualizado no Quadro 22, apresentou valores negativos em alguns casos, desaconselhando o seu uso também para esse caso.

De acordo com os resultados apresentados pela modelagem matemática do comportamento reológico das fases sobrenadante, precipitada pura e precipitada formulada do extrato líquido de inulina de raízes de chicória, obtido sob diferentes condições de resfriamento, pode-se concluir que os modelos matemáticos de Casson, de Herschel-Bulkley e da Lei da Potência se ajustaram bem aos dados experimentais.

Uma vez que o modelo matemático da Lei da Potência é o mais simples dentre os modelos testados e tendo em vista que os modelos de Herschel-Bulkley e de Casson apresentaram valores negativos para as tensões iniciais, o comportamento reológico das fases sobrenadante, precipitada pura e precipitada formulada do extrato líquido de inulina deve ser expresso pela Lei da Potência.

5.5 SECAGEM EM SPRAY

5.5.1 Condições de processo

Na secagem em *spray*, a principal variável a ser controlada é a temperatura de entrada do ar no *spray dryer*. Nesse processo de secagem, a temperatura de entrada foi mantida entre 186 e 193°C, de acordo com recomendação de NOGUEIRA (2001).

A temperatura de saída do ar, outra variável de grande importância para a secagem em *spray*, não pode ser controlada diretamente, uma vez que seu valor varia em função das condições de processo. Durante a secagem em *spray*, as demais condições de processo, como o fluxo da bomba, fluxo do aspirador e fluxo de ar na entrada do *spray* foram regulados de tal forma que as condições de secagem se mantivessem uniformes durante todo o processo.

O Quadro 24 apresenta as condições adotadas para a secagem em *spray* de cada uma das amostras.

Quadro 24 – Condições de processo para a secagem em *spray dryer*

Condições	PT1	PT2	PT3	MPT1	MPT2	MPT3
Consumo de ar comprimido	600NI/h	600NI/h	700-800NI/h	600-800NI/h	600NI/h	700-800NI/h
Bomba*	10-14	13-14	8	8	10	8
Aspirador*	10-15	15	12	15	15	15
Vazão mássica média estimada (g/min)	9,96	18,7	6,7	6,4	13,0	5,3
Te média	188°C	188°C	188°C	188°C	188°C	187°C
Ts média	120°C	113°C	133°C	133°C	115°C	123°C

* = os valores apresentados para as condições de processo da bomba e do aspirador correspondem aos valores descritos no painel do equipamento, não havendo tipo algum de especificação em manuais quanto às unidades de medida para tais variáveis.

Conforme é possível observar no Quadro 24, apesar das constantes oscilações sofridas pela temperatura de entrada do *spray dryer*, o seu valor médio foi mantido entre 187 e 188°C.

No Quadro 24 também é possível observar que não foi mantida uma condição constante de funcionamento da bomba na secagem das amostras. Isso ocorreu devido a problemas apresentados pelo aparelho quando se utilizavam vazões elevadas (correspondentes à posição 13 no painel de controle). Na secagem de algumas amostras, após certo tempo de operação, iniciou-se um processo de gotejamento de amostra no interior da coluna de secagem, impedindo a atomização e, conseqüentemente, a formação de pó. Dessa forma, apesar de as vazões elevadas otimizarem o tempo de secagem, não foi possível utilizá-las em todas as amostras, pois elas prejudicaram o processo de secagem. A oscilação da vazão durante o processo de secagem de algumas amostras gerou variações na vazão mássica estimada, além de interferir na temperatura de saída do *spray*.

O funcionamento do aspirador, conforme consta do Quadro 24, também não foi mantido a um nível constante em todas as etapas de secagem. Esse fato também ocorreu devido a alguns problemas apresentados durante a operação, como a aspiração excessiva de pó para o interior do aspirador, o que acabou por provocar problemas em algumas peças, como a quebra de um rolamento e falhas no motor de partida. Porém, na maior parte do tempo, a aspiração foi mantida a um nível elevado (posição 15), pois ela contribuiu para otimizar o processo de secagem e evitar o superaquecimento de algumas peças.

O consumo de ar comprimido no bico de pressão também foi variado ao longo das etapas de secagem. Conforme pode ser observado no Quadro 24, em algumas operações o consumo de ar comprimido foi mantido em 600NI/h, enquanto em outras ele foi mantido entre 700 e 800NI/h. O aumento do consumo de ar ocorreu para minimizar o superaquecimento de algumas peças.

As amostras correspondentes às fases precipitadas pura e formulada obtidas na temperatura de resfriamento de -11°C (PT2 e MPT2) e parte das amostras correspondentes à fase precipitada pura obtida na temperatura de resfriamento de 8°C (PT1) foram atomizadas em bicos de pressão com 0,5mm de diâmetro. Durante a realização dos experimentos, entretanto, a agulha responsável pelo desentupimento do bico de pressão quebrou e foi substituída por uma com diâmetro de 0,7mm. Devido à impossibilidade, por fatores temporais, de aquisição de uma agulha de 0,5mm, os demais experimentos, inclusive a secagem da outra parte das amostras correspondentes à fase precipitada pura obtida na temperatura de resfriamento de 8°C , foram realizados em bico de pressão com abertura de 0,7mm. Acredita-se que esse fato não tenha interferido no processo de secagem.

5.5.2 Rendimento de secagem

No Quadro 25 são apresentadas a massa total de extrato submetida à secagem em *spray* e a quantidade total de pó obtida ao final do processo, para cada condição de obtenção das amostras puras e formuladas. No Quadro 25 também é apresentada a massa total de resíduo. Essa massa foi dividida em duas partes: a do cilindro, correspondente ao pó que ficou preso nas paredes do cilindro, mas que ainda poderia ser aproveitado, e a de descarte, correspondente ao pó que ficou aderido nas paredes do cilindro do secador, o qual teve que ser descartado por apresentar sinais de escurecimento devido ao longo tempo de exposição a altas temperaturas. Na massa de descarte também foram consideradas parcelas de extrato que não sofreram secagem, ficando no interior do *spray*, devido a problemas operacionais.

Quadro 25 – Extrato em pó e resíduos obtidos após a secagem em *spray dryer* do extrato líquido de inulina de raízes de chicória

<i>Amostra</i>	<i>Extrato Alimentação (g)</i>	<i>Pó obtido (g)</i>	<i>Resíduo</i>		
			<i>Cilindro</i>	<i>Descarte</i>	<i>Total</i>
<i>PT1</i>	2073,08	268,71	231,54	157,92	389,46
<i>PT2</i>	2069,13	156,93	0	787,40	787,4
<i>PT3</i>	676,88	154,44	36,71	1,20	37,91
<i>MPT1</i>	1339,07	376,36	99,41	0	99,41
<i>MPT2</i>	2382,73	295,59	280,25	466,35	746,6
<i>MPT3</i>	949,34	236,42	43,78	71,16	114,94

No Quadro 26 são apresentados a umidade (base úmida) e os sólidos totais correspondentes ao extrato utilizado na alimentação do *spray* e do pó obtido, para cada condição de obtenção do extrato líquido puro e formulado. A determinação da umidade foi realizada conforme a metodologia descrita no item 4.7.2.

Quadro 26 – Umidade e sólidos totais do extrato utilizado na alimentação do *spray* e do pó correspondente

<i>Amostra</i>	<i>Extrato líquido – Alimentação</i>				<i>Extrato em pó – Saída do spray</i>			
	Umidade (%)	DP	CV (%)	ST (%)	Umidade (%)	DP	CV (%)	ST (%)
PT1	67,47	0,0003	0,04	32,53	2,57	0,0003	1,23	97,43
PT2	67,93	0,0005	0,07	32,07	4,98	0,0009	1,72	95,02
PT3	66,79	0,0005	0,07	33,21	2,04	0,0007	3,40	97,96
MPT1	59,22	0,0002	0,03	40,78	1,25	0,0004	3,07	98,75
MPT2	59,83	0,0004	0,07	40,17	3,28	0,0004	1,07	96,72
MPT3	59,29	0,0001	0,02	40,71	1,44	0,0007	4,86	98,56

A partir dos dados da massa total do extrato utilizado na alimentação do *spray* e da massa total de pó obtida ao final da secagem (Quadro 25), utilizando-se do teor de sólidos totais correspondentes (Quadro 26), procedeu-se a estimativa do rendimento mássico de secagem para cada condição de obtenção dos extratos líquidos puros e formulados, conforme pode ser visualizado no Quadro 27.

Quadro 27 – Estimativa do rendimento de secagem

<i>Amostra</i>	<i>Massa Sólidos alimentação (g)</i>	<i>Massa Sólidos saída (g)</i>	<i>Rendimento (%)</i>
PT1	674,33	261,80	38,82%
PT2	663,63	149,11	22,47%
PT3	224,80	151,29	67,30%
MPT1	546,13	371,66	68,05%
MPT2	957,21	285,89	29,87%
MPT3	386,48	233,02	60,29%

Comparando-se os valores obtidos no Quadro 24 com o rendimento da secagem, apresentado no Quadro 27, pode-se observar que a vazão ótima de alimentação para o *spray dryer* laboratorial, de forma a proporcionar melhor rendimento da secagem, se situa abaixo de 9g/min.

5.6 CARACTERIZAÇÃO DO EXTRATO DE INULINA EM PÓ

5.6.1 Sólidos Totais

Os sólidos totais para o extrato de inulina em pó foram calculados por simples diferença com o teor de umidade. A umidade foi determinada conforme a metodologia descrita no item 4.7.2. Os valores obtidos foram apresentados no Quadro 26, por ocasião da determinação do rendimento da secagem.

5.6.2 Composição centesimal

O Quadro 28 apresenta os resultados obtidos para as análises de proteína, extrato etéreo, fibra bruta, fibra detergente neutra e cinzas. Os resultados estão expressos com base na porcentagem no extrato seco.

Quadro 28 – Determinação do teor de proteína bruta, matéria mineral (cinzas), fibra detergente neutra, fibra bruta e de extrato etéreo do extrato de inulina em pó obtido por secagem em *spray dryer*. (Valores em % base seca)

Amostra	PB (%)	FB (%)	FDN(%)	MM (%)	EE(%)
<i>PT1</i>	1,54-1,95	0,02-0,10	<0,14	3,65-4,26	0,06-0,18
<i>PT2</i>	1,70-1,76	0,04-0,10	<0,07	4,89-6,06	0,06-0,15
<i>PT3</i>	1,53-1,81	0,10-0,16	-	3,19-3,38	-
<i>MPT1</i>	1,22-1,25	0,22-0,24	<0,08	2,23-2,47	<0,03
<i>MPT2</i>	1,11-1,25	0,24-0,28	0,20-0,97	2,47-2,53	0,02-0,08
<i>MPT3</i>	0,95-1,09	0,26-0,34	0,28-0,43	2,28-2,29	0,04-0,09

No Quadro 29 é apresentada a composição média obtida para o extrato de inulina em pó. Os percentuais foram convertidos para base úmida e o teor de carboidratos foi determinado por diferença, de acordo com a equação (11).

Quadro 29 – Composição média do extrato de inulina em pó obtido para as diferentes condições de secagem em *spray dryer*

<i>Amostra</i>	<i>U (%)</i>	<i>PB(%)</i>	<i>FT (%)</i>	<i>EE(%)</i>	<i>MM (%)</i>	<i>Carboidratos (%)</i>
<i>PT1</i>	2,574	1,500-1,900	<0,136	0,058-0,175	3,556-4,150	92,311-91,064
<i>PT2</i>	4,978	1,615-1,672	<0,067	0,057-0,143	4,647-5,758	88,703-87,382
<i>PT3</i>	2,040	1,499-1,773	-	-	3,125-3,311	93,337-92,876
<i>MPT1</i>	1,250	1,205-1,234	<0,079	<0,030	2,202-2,439	95,343-94,968
<i>MPT2</i>	3,281	1,074-1,209	0,193-0,938	0,019-0,077	2,389-2,447	93,043-92,047
<i>MPT3</i>	1,438	0,936-1,074	0,276-0,424	0,039-0,089	2,247-2,257	95,063-94,718

O teor de material mineral foi o único que sofreu uma redução no seu percentual após a adição de material de parede. Os pós correspondentes às fases precipitadas puras apresentaram entre 3,6 e 5,8% de cinzas, ao passo que os obtidos a partir das fases precipitadas formuladas apresentaram em torno de 2,3%.

5.6.3 Rendimento de inulina em pó

No Quadro 30 são apresentados os rendimentos de inulina obtidos por CLAE (método 4.10) para a concentração de inulina nos pós obtidos na saída do secador. Os valores das concentrações foram estimados de acordo com o teor de sólidos dos produtos em gramas de inulina por gramas de massa seca (%). A partir desses valores, estimou-se o rendimento do processo de secagem.

Quadro 30 – Rendimento de inulina em pó, após a secagem por *spray dryer*

<i>Amostra</i>	<i>Rendimento do processo (%)</i>
<i>PT1</i>	90,99
<i>PT2</i>	88,79
<i>PT3</i>	91,84
<i>MPT1</i>	86,83
<i>MPT2</i>	94,99
<i>MPT3</i>	95,37

Os valores obtidos para o rendimento de inulina em pó, após a secagem em spray dryer, mostram que a adição de agentes encapsulantes ao extrato, assim como as diferentes temperaturas de resfriamento/congelamento na obtenção do extrato, não proporcionaram uma grande diferença no rendimento da obtenção de inulina durante o processo de secagem. A variação apresentada no Quadro 30 não permite uma comparação quantitativa, pois a própria heterogeneidade do extrato de inulina na alimentação causaria esta variação.

Por outro lado, deve-se ressaltar que o congelamento do extrato concentrado, conforme pode ser observado no Quadro 17, resultou em uma maior concentração de inulina na fase precipitada.

VI CONCLUSÃO

- O processo de extração adotado foi adequado, resultando em um extrato com cerca de 9°Brix de sólidos solúveis.
- Os extratos congelados a -11 e -15°C apresentaram um rendimento de precipitação de 88,58% e 87,15%, respectivamente, valor superior ao apresentado pelo extrato simplesmente resfriado (8°C), de 80,28%.
- Os valores obtidos para a densidade das diferentes fases sobrenadantes confirmam a existência de uma maior concentração de inulina na fase sobrenadante obtida na condição de temperatura mais elevada (8°C).
- O valor da densidade das fases precipitadas puras se mostrou cerca de 1,14 vezes superior ao da água. Após terem sido formuladas, o valor da densidade passou a ser cerca de 1,17 vezes superior ao da água.
- A concentração de inulina na fase precipitada do extrato líquido tende a aumentar com o abaixamento da temperatura de resfriamento. A fase precipitada obtida à maior temperatura de resfriamento apresentou um teor de inulina de 50,53%, ao passo que a fase precipitada obtida à menor temperatura de congelamento apresentou 78,26% de inulina.
- As fases sobrenadante, precipitada pura e precipitada formulada (amidos hidrolisados e modificados) do extrato líquido de inulina apresentaram um comportamento reológico de fluido não-newtoniano, com características pseudoplásticas, para as temperaturas de 25, 40 e 50°C.
- A viscosidade aparente aumenta com o aumento da concentração de inulina para as fases sobrenadante e precipitada avaliadas às temperaturas de 25, 40 e 50°C.
- A influência da adição de material de parede é maior que a influência da temperatura na viscosidade aparente do extrato formulado.
- O modelo matemático de Ostwald-de-Waele (Lei da Potência) foi o que se mostrou mais adequado para o ajuste aos dados experimentais obtidos na análise reológica das fases sobrenadante, precipitada pura e precipitada formulada, realizadas às temperaturas de 25, 40 e 50°C.
- Os resultados obtidos para o rendimento da secagem em spray dryer laboratorial mostraram que a vazão mássica ótima para a alimentação deve ser inferior a 9g/min.

- Na análise da composição centesimal do produto em pó, observou-se que a adição de material de parede acarretou em uma redução do teor de cinzas.
- A adição de agentes encapsulantes ao extrato, assim como as diferentes temperaturas de resfriamento/congelamento na obtenção do extrato, não proporcionaram diferença no rendimento de obtenção de inulina durante o processo de secagem.

VII SUGESTÕES PARA FUTUROS TRABALHOS

Nesse trabalho foi estudado um processo para obtenção de inulina em pó através do resfriamento e/ou congelamento do extrato líquido concentrado de raízes de chicória, com posterior secagem em spray dryer. Estudou-se também o uso de técnicas de microencapsulação na atomização da fase precipitada do extrato líquido de inulina.

Os resultados obtidos mostraram que o congelamento do extrato líquido resulta em maior concentração de inulina na fase precipitada. Entretanto, na obtenção do extrato em pó, notou-se que o uso de técnicas de microencapsulação não resultou em maior rendimento de inulina no processo de secagem por atomização.

Por outro lado, durante a execução da fase experimental, notou-se que os pós obtidos com a adição de agentes encapsulantes apresentavam algumas propriedades diferentes dos pós resultantes da secagem da fase precipitada pura, tais como: melhor solubilidade, melhor escoabilidade e menor higroscopicidade. Tais propriedades foram percebidas de maneira qualitativa. A determinação quantitativa não foi possível por falta de tempo e também por não se tratarem do objetivo do trabalho.

A microencapsulação, em geral, não tem apenas a função de melhorar o rendimento no processo de secagem,. Muitas vezes, ela é adotada com outras finalidades, tais como: proteger o material ativo contra a deterioração, melhorar as propriedades do pó obtido (tais como solubilidade, higroscopicidade e escoamento), promover a liberação controlada do núcleo, dentre outras. Dessa forma torna-se necessária a realização de estudos para verificar a influência do uso das técnicas de microencapsulação na secagem por atomização sobre tais propriedades do pó obtido.

A partir de tais considerações, é possível enumerar uma série de estudos a serem desenvolvidos na área, tais como:

- Estudo da vida de prateleira da inulina em pó, comparando-se produtos obtidos com e sem o uso de técnicas de microencapsulação na secagem em spray dryer;
- Estudo da influência do uso das técnicas de microencapsulação sobre as propriedades da inulina enquanto ingrediente (substituto da gordura e do açúcar);
- Estudo da influência do uso de técnicas de microencapsulação sobre as propriedades físicas da inulina em pó, tais como solubilidade, escoabilidade e higroscopicidade;
- Estudo do uso de diferentes agentes encapsulantes sobre as propriedades supramencionadas.

O estudo das imagens dos pós, resultantes da secagem por atomização, é de grande importância na determinação de algumas propriedades físicas, como a formação de rugosidades e a identificação do tamanho das partículas. Tais propriedades podem estar relacionadas às condições adotadas no processo de secagem, bem como às propriedades da emulsão utilizada para alimentação do spray. Para realização desses estudos, faz-se necessário o uso da microscopia eletrônica de varredura (MEV), onde o material em estudo é observado em um microscópio eletrônico com alto poder de resolução.

Uma outra sugestão para futuros trabalhos está relacionada à determinação do grau de polimerização da inulina presente nas fases sobrenadante e precipitada para as diferentes condições de resfriamento. Sabe-se, da literatura, que a inulina presente nas raízes de chicória tem grau de polimerização variável entre 3 e 60 e que a distribuição entre esses níveis varia com uma série de fatores, tais como a época de plantio, época de colheita, espaçamento entre plantas e período de armazenagem. Considerando-se que o grau de polimerização da inulina interfere nas suas propriedades físicas (viscosidade e capacidade de formação de gel), seria de grande importância qualificar a inulina presente nas fases sobrenadante e precipitada do extrato líquido para as diferentes temperaturas de resfriamento/congelamento, pois isso facilitaria a identificação das melhores aplicações para cada fase.

O estudo do uso de técnicas de microencapsulação na atomização do extrato líquido de inulina, efetuado através das técnicas recomendadas, contribuirá em uma maior compreensão de todo o processo.

A interpretação das imagens de microscopia eletrônica conjugada aos resultados de todos os estudos aqui mencionados indicará um novo caminho para o uso da técnica de microscopia na obtenção da inulina em pó.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ALZUGARAY, D.; ALZUGARAY, C. Chicória Amarga. **Plantas que curam – A natureza a serviço da saúde**. sl. v.40, n.11, p.153-154, 1983.
- [2] ANANTHARAMAN, H. G.; BALLEVRE, O.; ROCHAT, F. Gelatinized cereal product containing oligosaccharide and processes of preparing and using same. **USA Patent** number 5,952,033. September 14, 1999
- [3] APPLIED TECHNOLOGY. Converting chicory - not just a cup of coffee, **Dairy Foods**, Chicago: Cahners, v.94, n.11, p.112, Oct. 1993.
- [4] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DAS INDÚSTRIAS DA ALIMENTAÇÃO. Compêndio de Legislação de Alimentos. São Paulo: ABIA, 1989/1993.
- [5] ASSOCIATION OF THE OFFICIAL AGRICULTURAL CHEMISTS. **Official methods of analysis**. 12^a ed. 1975.
- [6] ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of A.O.A.C. international**. 16^a ed. Arlington: A.O.A.C., Inc.. 1995.
- [7] BAKAN, J. A microencapsulation of foods and related products. **Food Tecnology**. Chicago. v.17, n.11, p.34-44, Nov. 1973.
- [8] BERGHOFER, E., CRAMER, A., SCHMIDT, V., et al. Pilot-scale production of inulin from chicory roots and its use in foodstuffs. In: FUCHS, A. (Ed.), **Inulin and inulin containing crops**. Amsterdam: Elsevier Science Ltd., 1993. p. 77-84. apud HÉBETTE, C. L. M., DELCOUR, J. A., KOCH, M. H. J. Complex melting of semi-crystalline chicory (*Cichorium intybus* L.) root inulin. **Carbohydrate research**. Netherlands. v. 310, n. 1-2, p. 65-75. 1998.
- [9] BRANCO, I.G. **Suco de laranja concentrado: comportamento reológico a baixas temperaturas**. Campinas, 1995. 91p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- [10] BRASSART, D.; JAUSSAN, V.; SCHWEIZER, T.; BRUN, T. Nutritive composition **USA Patent** number 5,972,415. October 26, 1999.
- [11] BULIGA, G. S.; MILLER, M. S.; POWELL, W. F.; LIS, D. G. et al. Fat-free tablespread and method of making. **USA Patent** number 5,501,869. March 26, 1996.

-
- [12] BULLOCK, L. M.; HANDEL, A. P.; SEGALL, S. et. al. Replacement of simple sugars in cook dough. **Food Technology**. Chicago. v.46, n.1, p. 82-86, 1992.
- [13] BYRNE, M. A world of new food products. **Food engineering International**. Radnon. v.22, n.2, p. 36-52, 1997.
- [14] BYRNE, M. Fresh ideas from around the world. **Food engineering International**. Radnon. v.23, n. 2, p.29-44., 1998.
- [15] CÂNDIDO, L. M. B.; CAMPOS, A. M. **Alimentos para fins especiais: dietéticos**. , São Paulo: Livraria Varela, 1995. 423 p.
- [16] CASSON, N. **A flow equation for pigment-oil suspensions of the printing ink type, in rheology of disperses suspensions**. New York: Pergamon Press. 1959.
- [17] CHOI , Y; OKOS, M.R. Thermal properties of liquid foods: review. In: OKOS, M. R. (ed.). **Physical and Chemical Properties of Food**. St Joseph: ASAE, 1986. p.35-37.
- [18] COMPÊNDIO BRASILEIRO DE NUTRIÇÃO ANIMAL. ANFAL, CBNA e Ministério da Agricultura. p.11 – 196, 1998.
- [19] COOPER, P. D. Pharmaceutical composition and method containing gamma inulin or derivative thereof. **USA Patent** number 4,954,622. September 4, 1990
- [20] CYR, D.R.; BEWLEY, J.D.; DUMBROFF, E.B. Seasonal dynamics of carbohydrate and nitrogenous components in the roots of perennial weeds. **Plant Cell and Environment**. Oxford. v.13, n.4, p.359-365, 1990.
- [21] DARRINGTON, H. Low fat No fat - theme at IFT Expo. **Food Manufacture**, London. v.70, n.8, p.30-32, 1995.
- [22] DESHPANDE, S. S. BOLIN, H. R., SALUNKHE, D. K. Freeze concentration of fruit juices. **Food Technology**. Chicago. v. 36. n. 5, p. 68-82. 1982.
- [23] DUFFIE, J. A; MARSHALL Jr., W. R. Factors influencing the properties of *spray* dried materials. **Chemical Engineering Progress**. New York. v.49, n.8, p.417-423, 1953.
- [24] DUNSTAN, D. E.; CHAI, E.; LEE, M. et al. The reology of engineered polysaccharides. **Food Hydrocolloids**. Oxford. v.9, n.4, p.225-228, 1995.

- [25] DZIEZAK, J.D. Microencapsulation and encapsulated ingredients. **Food technology**, Chicago. v.42, n.4, p.136-151, 1988.
- [26] FAN, L. Process for producing fructose. **USA Patent** number 4,774,183. September 27, 1988.
- [27] FASSI, J. Editorial: Only the strong survive in Asia. **Food Engineering International**. Radnon. v.23, n.2, p.15, 1998.
- [28] FIGUEIRA, G. M. **Desenvolvimento agrotecnológico da espécie *Cichorium intybus* L.** Campinas, 2000. 68p. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola)- Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- [29] FURUTA, T.; HAYASHI, H.; OHASHI, T. Some criteria of *spray dryer* design for food liquid. **Drying technology**. New York. v.12, n.1-2, p.151-177, 1994.
- [30] GALVÃO, G. Almeirão. **Natureza**. São Paulo. v.8, n.7, p.53-55, 1995.
- [31] GINNER, J.; IBARZ, A. GARZA, S.; XHIAN-QUAN, S. Reology of clarified cherry juices. **Journal of Food Engineering**. Oxford. v.30, n.1/2, p.147-154, 1996.
- [32] GREEN, C. J.; BORK, R. A.; HAGEMAN, R. J. J.; BOERMA, J. A. et al. Nutritional composition containing fibres **USA Patent** number 5,792,754. August 11, 1998.
- [33] HASSAN, B. H., HOBANI, A. I. Flow properties of Roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.) extrat. **Journal of Food Engineering**. Oxford. v.35, n. 4, p.459-470, 1998.
- [34] HÉBETTE, C. L. M., DELCOUR, J. A., KOCH, M. H. J. Complex melting of semi-crystalline chicory (*Cichorium intybus* L.) root inulin. **Carbohydrate research**. Netherlands. v. 310, n. 1-2, p. 65-75. 1998.
- [35] HEWITT, L. Fight the good fat. **Food Manufacture**, London. v.69, n.10, p.20, 1994.
- [36] HOEHN, E.; McKAY, C. J.; MURRAY, E. D. Production of high fructose syrup from inulin involving ultrafiltration. **USA Patent** number 4,421,852. December 20, 1983.
- [37] IBARZ, A.; PAGÁN, J. Rheology of raspberry juices. **Journal of Food Engineering**. Great Britain. v.6, n.4, p.269-289, 1987.

- [38] INGLET, GE; GELBMAN, P; REINECCIUS G. A. Encapsulation of orange oil - use of oligosaccharides from alpha-amylase modified starches of maize, rice, cassava, and potato. In: RISCH, S. J.; REINECCIUS, G. A. (Eds). **Flavor Encapsulation**. American Chemical Society Symposium Series No 370, Washington, DC: American Chemical Society, 1988, p.29-36.
- [39] INSTITUTO ADOLFO LUTZ. São Paulo. **Normas analíticas do instituto Adolfo Lutz**. v.1. São Paulo, 1976. 371p.
- [40] JACKSON, L. S.; LEE, K. Microencapsulation and food industry. **Food Science and Technology. Lebensmittel – Wissenschaft & Technologie**. London. v. 42, n.4, p.289-297, 1991.
- [41] JAMES, S. M. Method for producing fat-free and low-fat viscous dressings using inulin. **USA Patent** number 5,721,004. February 24, 1998.
- [42] KAREL, M. Concentration of foods. In: KAREL, M., FENNEMA, O. R., LUND, D. B., **Principles of food science, part II: Physical principles of food concentration**. New York: Marcel Dekker Inc., 1975. apud DESHPANDE, S. S. BOLIN, H. R., SALUNKHE, D. K. Freeze concentration of fruit juices. **Food Technology**. Chicago. v. 36. N. 5, p. 68-82. 1982.
- [43] KENYON, M. M. Modified Starch, Maltodextrin, and Corn Syrup solids as wall materials for Food Encapsulation. In: ACS SYMPOSIUM SERIES, n. 590, 1995. **Encapsulation and Controlled Release of food Ingredients**. Washington: American Chemical Society, 1995. páginas 664.092 En12.
- [44] KERKHOFFS, P. L. Preparation of fructose. **USA Patent** number 4,277,563. July 7, 1981.
- [45] KING, A H. Encapsulation of Food Ingredients: a review of available technology, focusing on hydrocolloids. In: ACS SYMPOSIUM SERIES, n. 590, 1995. **Encapsulation and Controlled Release of food Ingredients**. Washington: American Chemical Society, 1995. páginas 26-39.
- [46] KING, W.; PERRY, P. Modified Starch encapsulating agents offer superior emulsification, film forming, and low surface oil. **Food Product Development**. Chicago. V.10, n.10, p.54-57. 1976
- [47] KRISHNAMURTHY, R. G.; WITTE, V. C. Method of making a reduced fat emulsified dressing. **USA Patent** number 5,795,614. August 18, 1998.
- [48] LAPSIN, R., PRICL, S. **Rheology of industrial polysaccharides: theory and applications**. London: Blackie Academic & Professional, 1995. 620p.

- [49] LAURENZO, K. S.; NAVIA; J. L.; NEIDITCH; D. S. **Preparation of inulin products. USA Patent** number 5,968,365. October 19, 1999.
- [50] LEENHEER, L.; HOEBREGS, H. Progress in elucidation of the composition of chicory inulin. **Starch/Stärke**. Deerfield Beach. v.46, n.5, p.193-196, 1994
- [51] LESENS, C.; DUFORT, C.; PFEIFER, A. M. A.; ROCHAT, F. Ice cream with coating containing lactic acid bacteria. **USA Patent** number 6,022,568. February 8, 2000.
- [52] LISKA, De A.; KING, M.; MEDCALF, D.; PETERSON, De B. et al. Medical food composition of reduced allergenicity, especially adapted for improving gut mucosal integrity. **USA Patent** number 6,051,260. April 18, 2000.
- [53] MAHMUTOGLU, T. ESIN, A. Distribution coefficients at the interface for carrot juice at slow freezing rates. **Journal of food engineering**. Oxford. v. 27. n.3, p.291-295. 1996. FALTA O NÚMERO DO PERIÓDICO
- [54] MANN, M. A. Blood sugar regulating composition and methods relating thereto. **USA Patent** number 5,550,113. August 27, 1996.
- [55] MASTERS, K. **Spray drying handbook** - 3rd ed. New York: John Wiley & Sons Inc. 1979. 687p.
- [56] MEADE, M. B. Nut spread having reduced fat and reduced calories and process for producing the same. **USA Patent** number 6,010,737. January 4, 2000.
- [57] MENEZES, S. O mercado diet. **Alimentos e tecnologia**. São Paulo. v.6, n. 32, p.26-28, 1990.
- [58] MENEZES, S.; VIEGAS,E. Dietéticos em alta. **Alimentos e tecnologia**. São Paulo. v.6, n. 32, p.22-26. 1990.
- [59] MÉTODOS: UMIDADE E CINZAS – REFERENCIAR
- [60] MILLER, M. Foam inducing compositions and method for manufacture thereof. **USA Patent** number 6,025,006. February 15, 2000.
- [61] MILLER, M. S.; SURBER, K. J.; LIS, D. G.; MARTIN Jr, R. W. et al. Mouthfeel and lubricity enhancing composition. **USA Patent** number 6,033,710. March 7, 2000.
- [62] MORRIS, E.R. Polysaccharide rheology and in-mouth perception. In: STEPHEN, A. M. **Food Polysaccharides and their applications**. New York: Marcel Dekker, Inc; 1995. p.517-546.

- [63] NDJOUENKEU, R., GOYCOOLEA, F.M., MORRIS, E.R., et al. Rheology of okra (*Hibiscus esculentus* L.) and dika nut (*Irvingia gabonensis*) polysaccharides. **Carbohydrate polymers**, Oxford. v. 29,n. 3, p.263-269, 1996.
- [64] NOGUEIRA **Processo de obtenção de inulina de chicória (Cichorium intybus) em pó**. Campinas, 2001. 68p. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola)- Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- [65] NONHEBEL, G., MOSS, A. A. H. **Drying os solids in the chemical industry**. London: Butterworths, 1971, 301 p.
- [66] PARK,K .J.; LEITE, J. T. C. **Reologia**. <ftp://ftp.agr.unicamp.br/pub/disciplinas/fa-020/reologia>. UNICAMP. Última atualização em abril de 2001.
- [67] PARK, K. J.; PARK, T. H. K. B.; PARK, K. J. B.; NOGUEIRA, R. I.; LEITE, J. T. C. Processo de obtenção de concentrado de inulina por abaixamento de temperatura e separação física. **BR Patente** número PI 0003867-9. 17 ago. 2000.
- [68] PARTIDA, V. Z.; LOPEZ, A. C.; GOMEZ, A. J. M.. Method of producing fructose syrup from agave plants. **USA Patent** number 5,846,333. December 8, 1988.
- [69] PASQUEL, A. Gomas: Utilização e aspectos reológicos. **Boletim Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos**. Campinas. v.33, n.1, p.86-97, 1999.
- [70] PAUL, S. M. Immunoglobulin and fiber-containing composition for human gastrointestinal health. **USA Patent number** 5,744,134. April 28, 1998.
- [71] PELEGRINE, D. H. **Comportamento reológico das polpas de manga e abacaxi**. Campinas, 1999. 115p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos. Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- [72] PRAZNIK, W.; BECK, R. H. F. Application of gel permeation chromatographic systems to the determination of the molecular weight of inulin. **Journal of Chromatography**. Amsterdam. v.348, n.1, p.187-197, 1985. apud VAN LOO, J. A. E.; COUSSEMENT, P. LEENHEER, L. de, HOEBREGS, H. e SMITS, G. The presence of inulin and oligofructose as natural ingredients in the western diet. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, Boca Raton. v.35, n.6, p.525-552, 1995.

- [73] QUEIROZ, A. J. **Análise do comportamento reológico dos sucos de abacaxi e manga**. Campinas, 1998. 109p. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- [74] RANHOTRA, G.S.; GELROTH, J.A.; GLASER, B.K. Usable energy value of selected bulking agents. **Journal of Food Science**. Chicago. v.58, n.5, p. 1176-1178. 1993.
- [75] RAO, M. A. Rheological properties of fluid foods. In: RAO, M. A.; RIZVI, S. S. H. (eds), **Engineering properties of foods**. New York: Marcel Dekker, 1986, p.1-47.
- [76] RAO, M. A.; RIZVI, S. S. H. **Engineering properties of foods**. New York: Marcel Dekker, 1986. 398p.
- [77] RAO, M.A. Measurement of flow properties of fluid foods: developments, limitations, and interpretation of phenomena. **Journal of texture studies** Trumbull. v.8, n.3, p.257-282, 1977.
- [78] RAYLEIGH, L. **Proc. London Math Soc.**, 10, 4 (1878). apud DUFFIE, J.A; MARSHALL Jr., W.R. Factors influencing the properties of *spray* dried materials. **Chemical Engineering Progress**. New York: Amer Inst. Chemical Engineers. v.49, n.8, p.417-423, 1953.
- [79] REINECCIUS, G. A. Spray drying of food flavors. In: RISCH, S. J.; REINECCIUS, G. A. (Eds). **Flavor Encapsulation**. American Chemical Society Symposium Series No 370, Washington, DC: American Chemical Society, p.55-66, 1988.
- [80] REINECCIUS, G.A Flavor encapsulation. In: **Food reviews international**. Chicago. v.5, n. 2, p.147-173, 1989.
- [81] REINECCIUS, G.A Carbohydrates for flavor encapsulation. **Food technology**. Chicago. v.45, n.3, p.144-149, 1991.
- [82] RISCH, S. J. Encapsulation: Overview of uses and techniques. In: ACS SYMPOSIUM, 590, 1993, Chicago. **Encapsulation and controlled release of food ingredients**. Washington: American Chemical Society, 1995. p.2-7.
- [83] ROBERFROID, M.; DELZENNE, N.; COUSSEMENT, P.; VAN LOO, J. Prevention of mammary carcinogenesis and breast cancer treatment. **USA Patent** number 5,721,345. February 24, 1998.

- [84] ROBERFROID, M.; GIBSON, G.R.; DELZENNE, N. The biochemistry of oligofructose, a nondigestible fiber: na approach to calculate its caloric value. **Nutrition Reviews**. Lawrence. v.51, n.5, p.137-146, 1993.
- [85] ROBINSON, R. K. The potential of inulin as a functional ingredient. **British Food Journal**, Bradford. v. 97, n. 4, p. 30-32, 1995.
- [86] ROSENBERG,M.; KOPELMAN,I.J.; TALMON, Y. Factors affecting retention in *spray drying* microencapsulation of volatile materials. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**. Washington. v.38, n.5, p.1288-1294, 1990.
- [87] SAENZ, C.; COSTELL, E. Comportamiento reológico de productos de limón. Influência de la temperatura y de la concentracion. **Revista de Agroquímica y Tecnología de Alimentos**. Valencia. v.26, n.4, p.581-588, 1986.
- [88] SCHRODER, B.G.; BAER, R. J. Consumer evaluation of reduced-cholesterol butter. **Food Technology**. Chicago. v.45, n.10, p. 104-107, 1991.
- [89] SHAHIDI, F.; HAN, X. Q. Encapsulation of food ingredients. **Critical reviews in food science and nutrition**. Boca Raton. v.33, n.6, p.501-547, 1993.
- [90] SILVA, R.F. Use of inulin as a natural texture modifier. **Cereal Foods World**. St. Paul. v.41, n.10, p.792-795, 1996.
- [91] SOLMS, J. Interaction of non-volatile and volatile substances in foods. In: BIRCH, G. G.; LINDLEY, M. G. (Eds) **Interactions of food components**. London: Elsevier. 1986. 189p. apud SHAHIDI, F.; HAN, X. Q. Encapsulation of food ingredients. **Critical reviews in food science and nutrition**. Boca Raton. v.33, n.6, p.501-547, 1993.
- [92] SPARKS, R. E. Microencapsulation. In: GRAYON, M.; ECKROTH, D.; GRABER, E.; KINGSBERG, A.; SIEGEL, P. M. (Eds.). **Concise Encyclopedia of Chemical Technology**. New York: John Wiley & Sons, 1985. p.762-763.
- [93] STEINMAYR, W. **Cultivation of Chicory** SAREA's Manual, sl. 1996, 16p.
- [94] TEEUWEN, H.; THONÉ, M.; VANDORPE,J. Inulin: a versatile fibre ingredient, **International Food Ingredient**. sl. v.4, n.5, p.10-14, 1992.
- [95] THEUER, R. C.; COOL, M. B. Fructan-containing baby food compositions and methods therefore. **USA Patent** number 5,840,361. November 24, 1998.

-
- [96] THEVENET, T. Acacia gums: stabilizers for flavor encapsulation. In: RISCH, S. J.; REINECCIUS, G. A. (Eds). **Flavor Encapsulation**. American Chemical Society Symposium Series No 370, Washington, DC: American Chemical Society, 1988, p.55-66.
- [97] TORREST, R. S. Rheological properties of aqueous solutions of the polymer natrosol 250 HHR. **Journal of Rheology**. Woodbury. v.26, n.2, p.143-151, 1982.
- [98] UNGER, H. The american influence. **Food Processing**. Buxton. v.64, n.1, p.15-16, 1995.
- [99] VAN LOO, J.; COUSSEMENT, P. ; LEENHEER, L. de; HOEBREGS, H.; SMITS, G. On the presence of inulin and oligofructose as natural ingredients in the western diet. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**. Boca Raton. v.35, n.6, p.525-552, 1995.
- [100] VARSHNEY, N. N.; KUMBHAR, B. K. Effect of concentration and temperature on rheological properties of pineapple and orange juices. **Journal of Food Science and Technology**. India. v.15, n.2, p.53-55, 1978.
- [101] VIDAL-BEZERRA, J. R. M. **Comportamento reológico da polpa de manga**. Campinas 2000. 159p. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas
- [102] YAMAZAKI, H.; MODLER, H. W.; JONES, J.D.; et. al. Process for preparing flour from Jerusalem artichoke tubers. **USA Patent** number 4,871,574, oct. 3, 1989.
- [103] YATKA, R. J.; RICHEY, L. C.; MEYERS, M. A. Chewing gum products using oligofructose. **USA Patent** number 5,431,929. July 11, 1995.
- [104] YOUNG, T. J.; CROSBY, G. A. Bakery shortening substitute, bakery products containing the same, and preparation method. **USA Patent** number 6,048,564. April 11, 2000.
- [105] ZUMBE, A.; SANDERS, N. Process for manufacture of reduced fat chocolate. **USA Patent** number 5,989,619. November 23, 1999.

APÊNDICES

APÊNDICE 1 – MODELAGEM MATEMÁTICO DAS CURVAS DE TENSÃO *VERSUS* TAXA DE DEFORMAÇÃO

1. Análise matemática para os extratos correspondentes à fase precipitada pura:

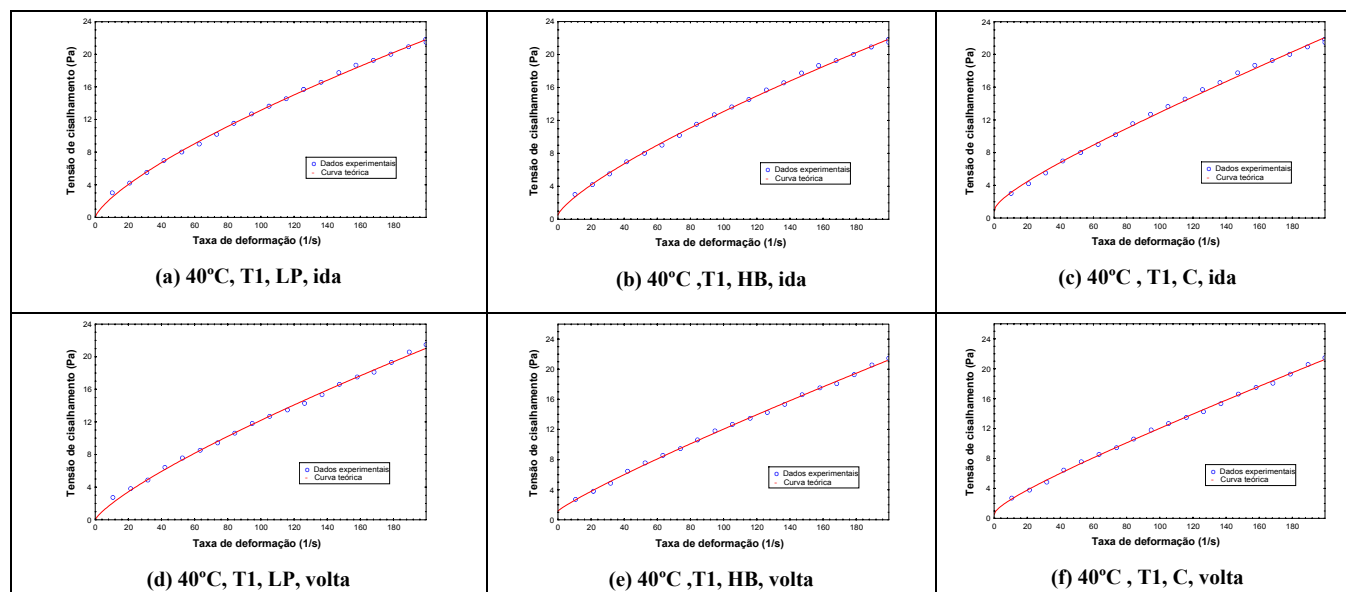


Figura 1 - Reogramas à temperatura de 40°C para a fase precipitada obtida à temperatura T1, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (IDA) e decrescente (VOLTA)

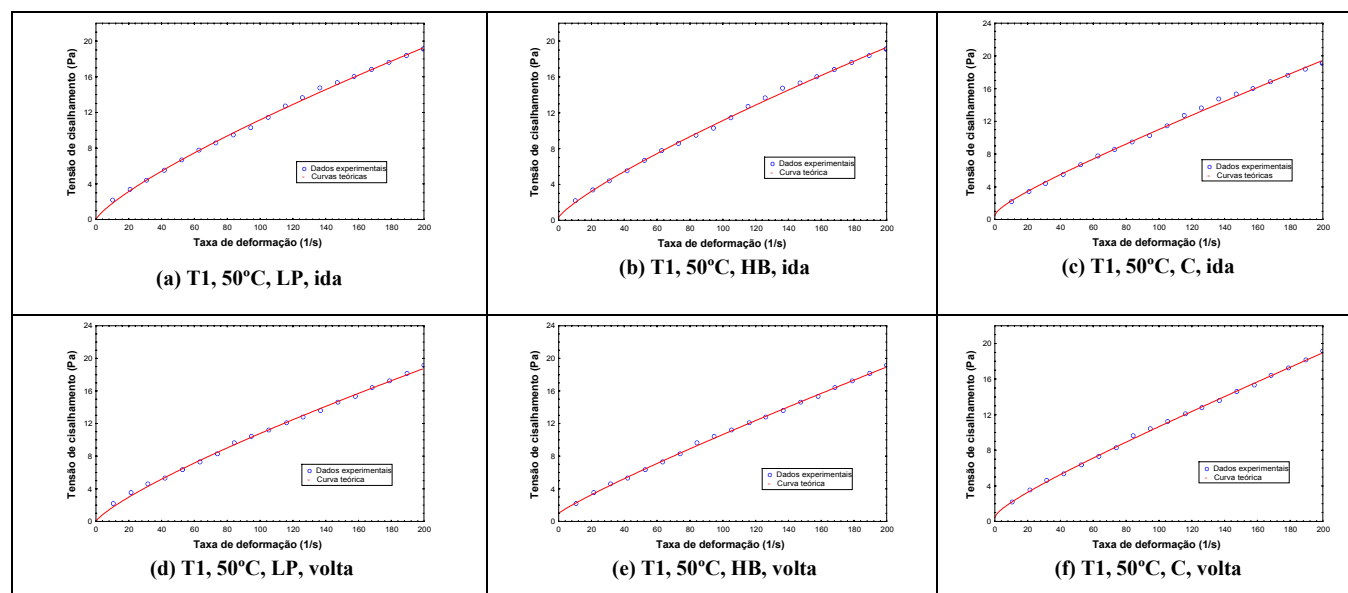


Figura 2 - Reogramas à temperatura de 50°C para a fase precipitada obtida à temperatura T1, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

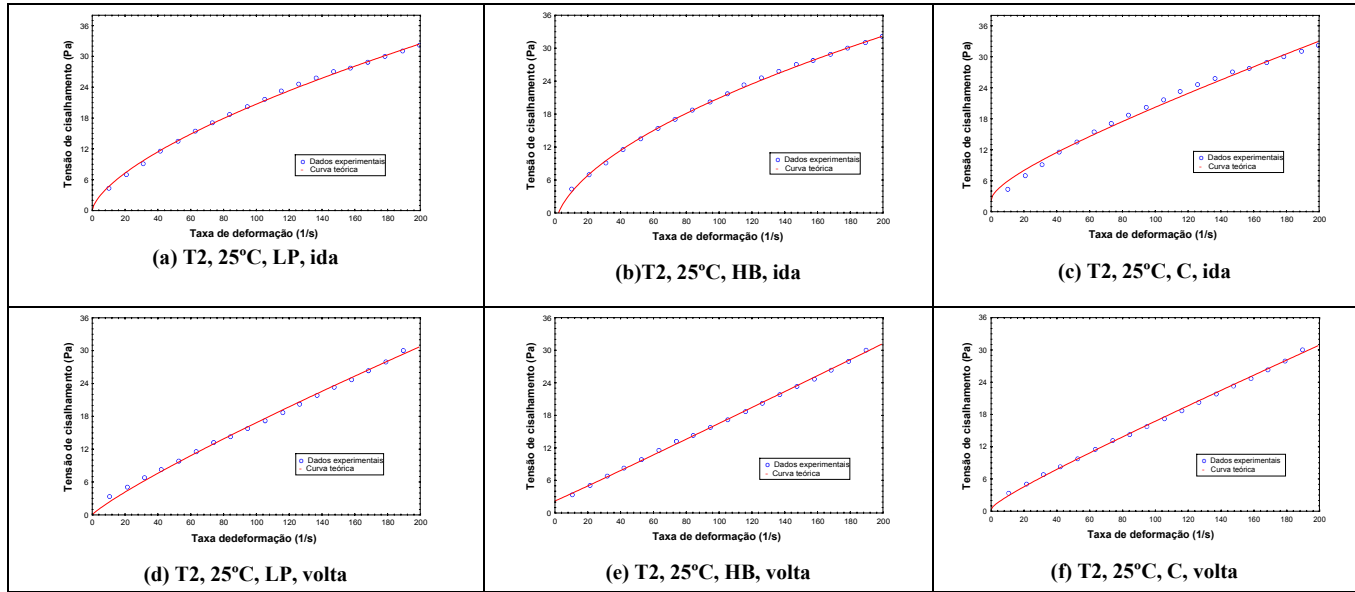


Figura 3 - Reogramas à temperatura de 25°C para a fase precipitada obtida à temperatura T2, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (IDA) e decrescente (volta)

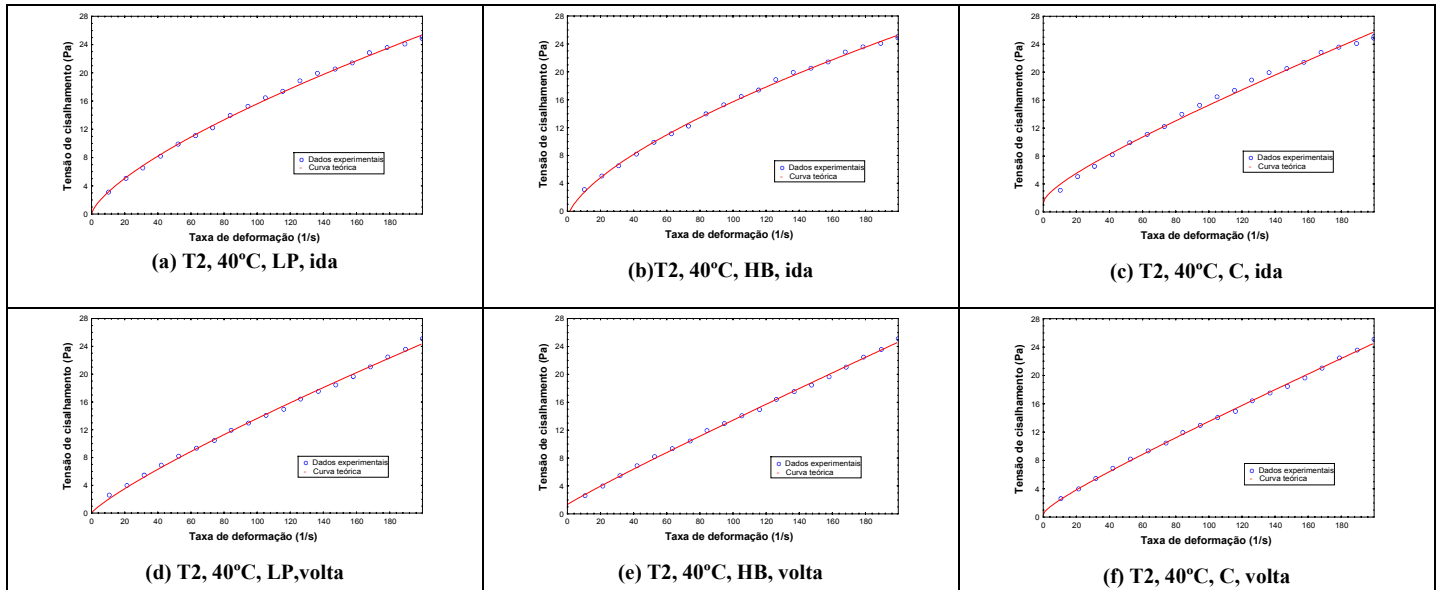


Figura 4 - Reogramas à temperatura de 40°C para a fase precipitada obtida à temperatura T2, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

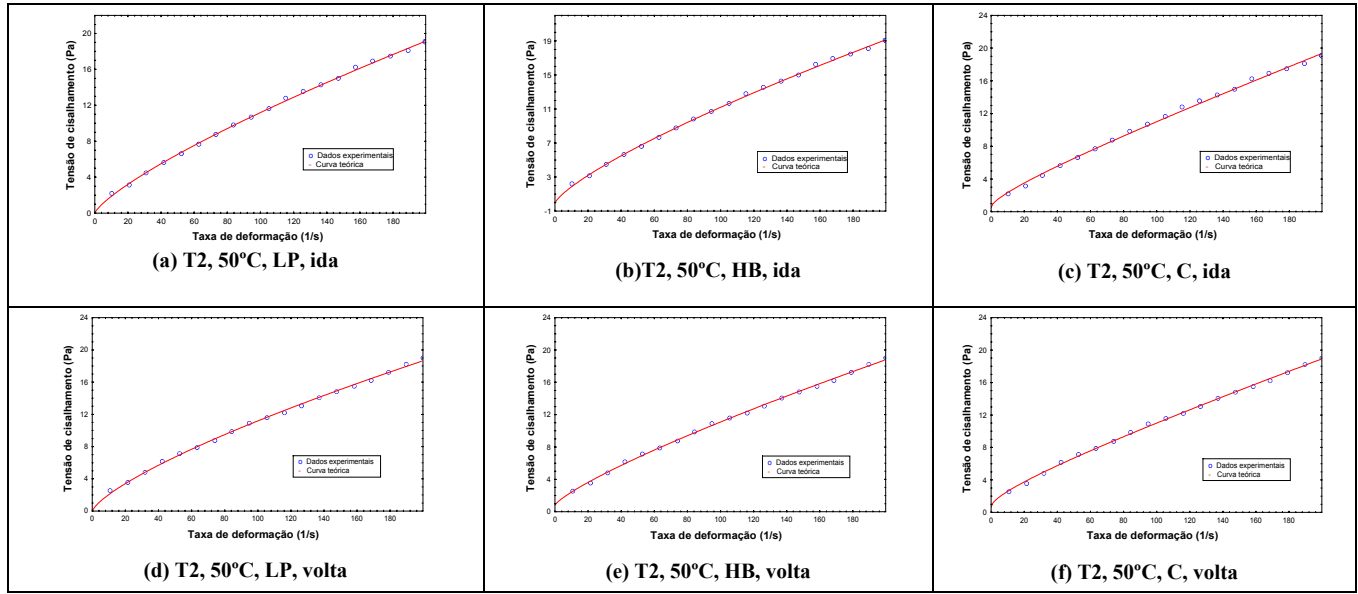


Figura 5 - Reogramas à temperatura de 50°C para a fase precipitada obtida à temperatura T2, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

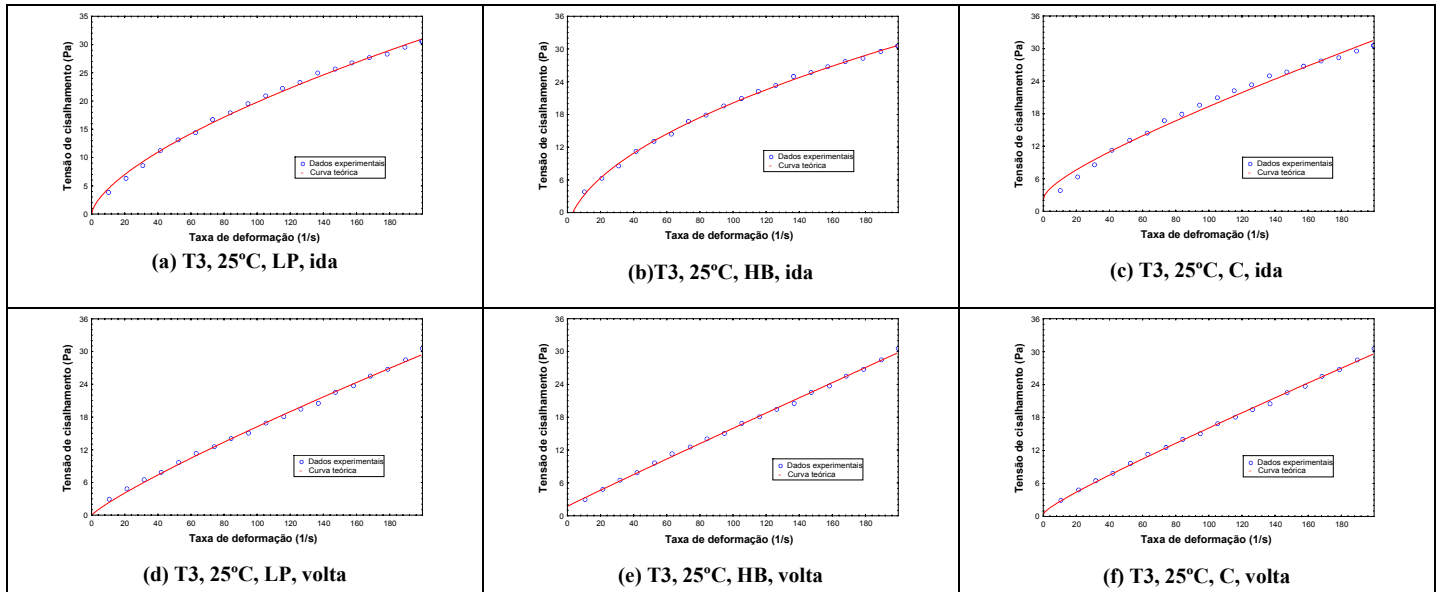


Figura 6 - Reogramas à temperatura de 25°C para a fase precipitada obtida à temperatura T3, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

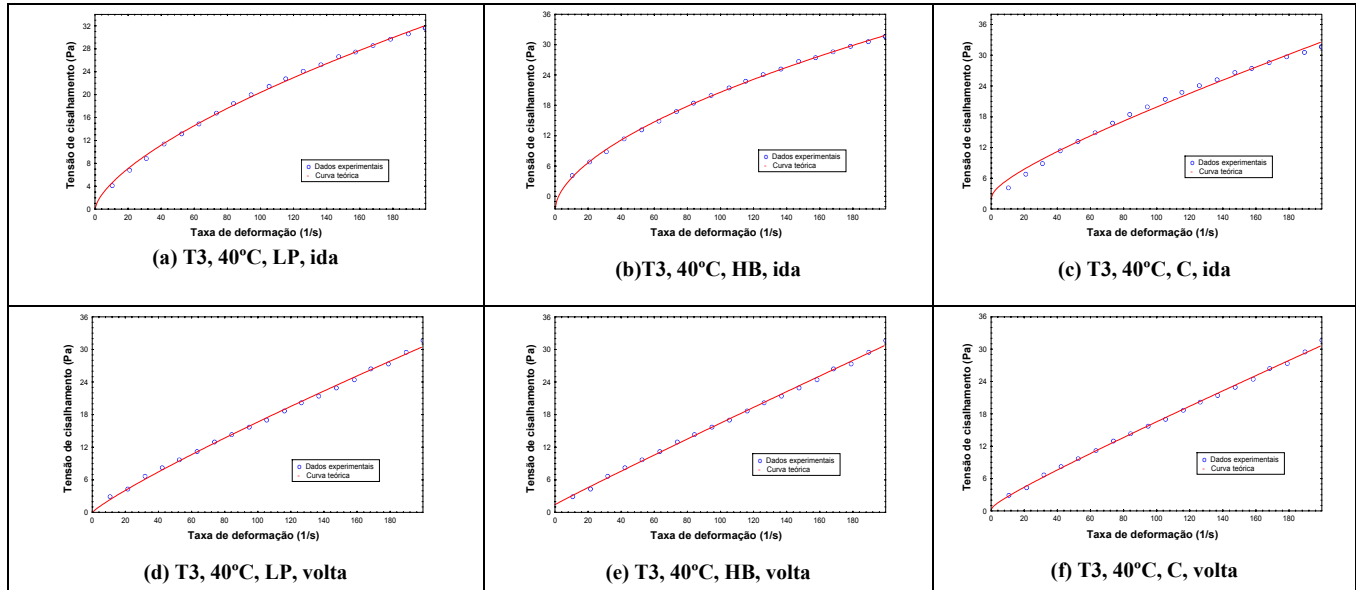


Figura 7 - Reogramas à temperatura de 40°C para a fase precipitada obtida à temperatura T3, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

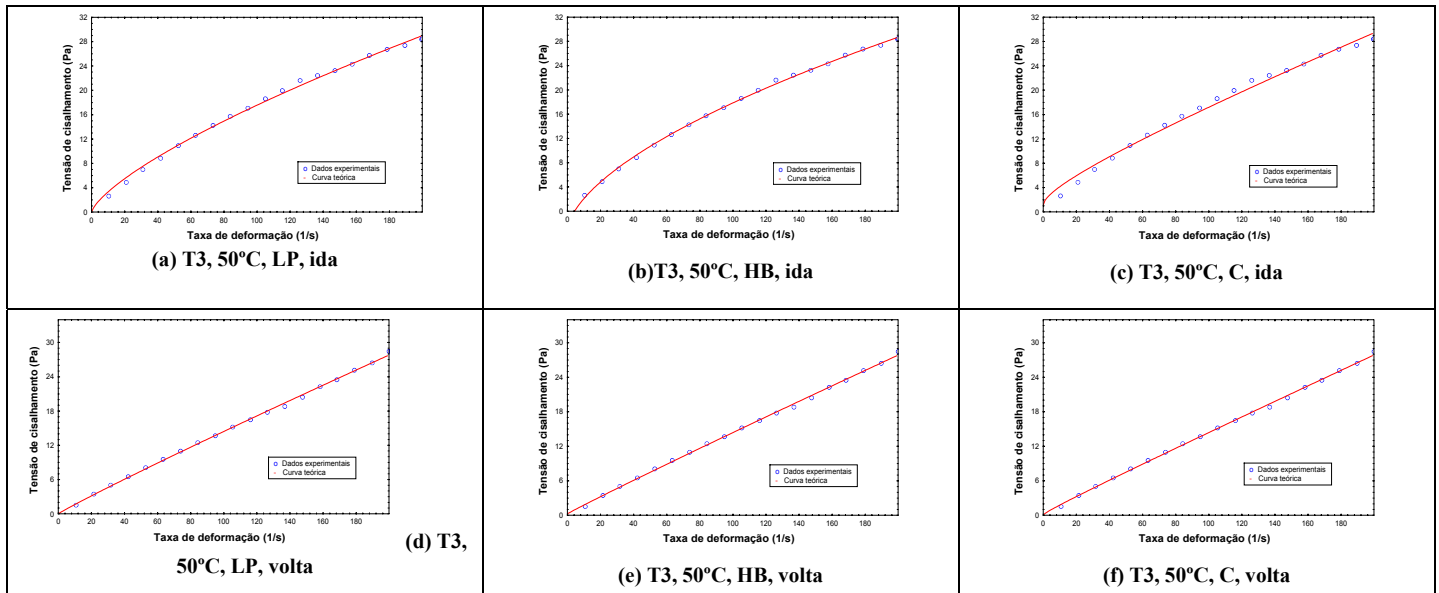


Figura 8 - Reogramas à temperatura de 50°C para a fase precipitada obtida à temperatura T3, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

2. Análise matemática para os extratos correspondentes à fase sobrenadante:

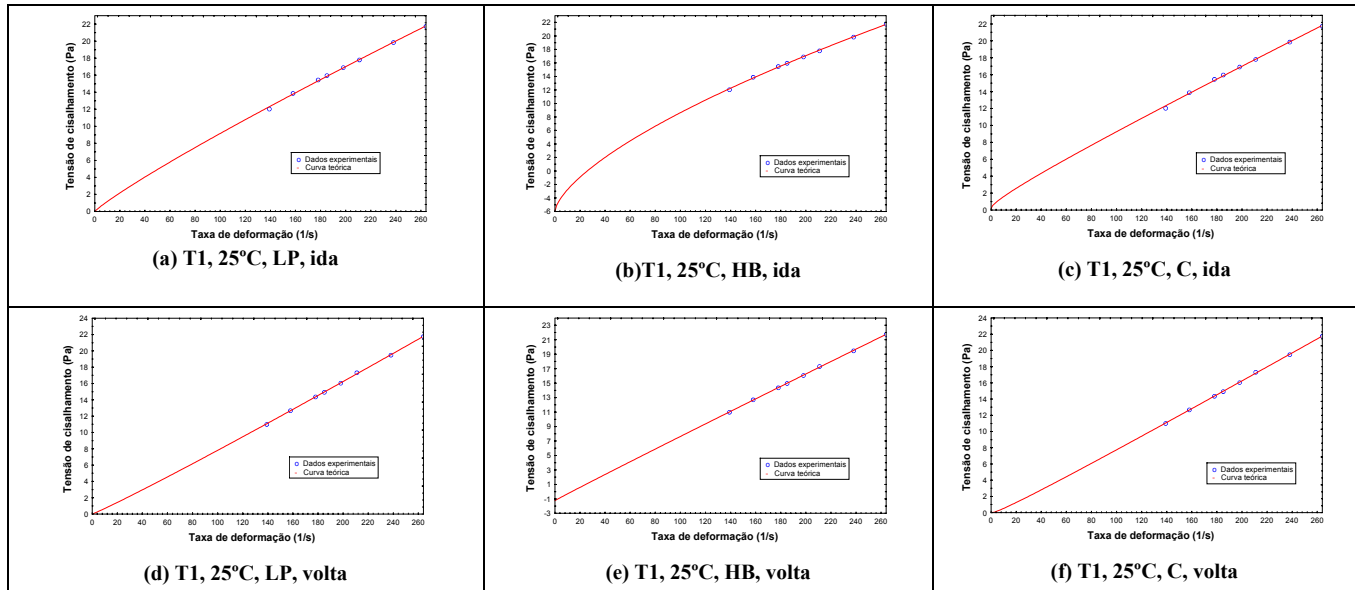


Figura 9 - Reogramas à temperatura de 25°C para a fase sobrenadante obtida à temperatura T1, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

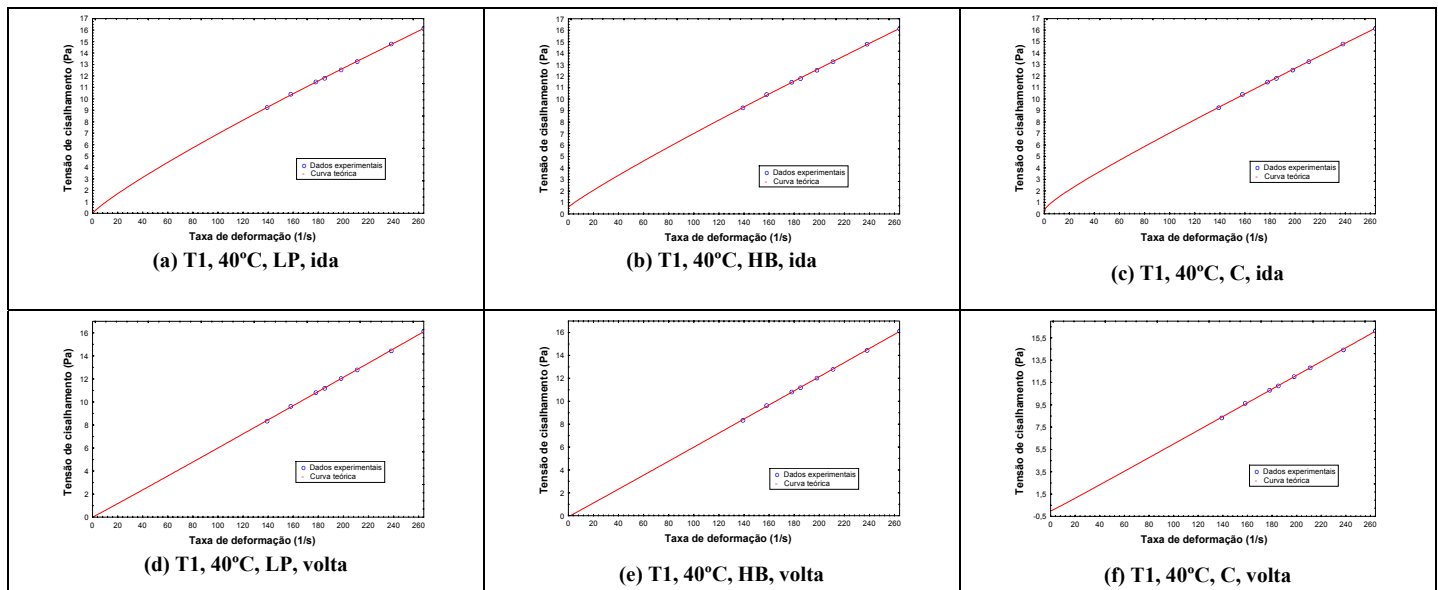


Figura 10 - Reogramas à temperatura de 40°C para a fase sobrenadante obtida à temperatura T1, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

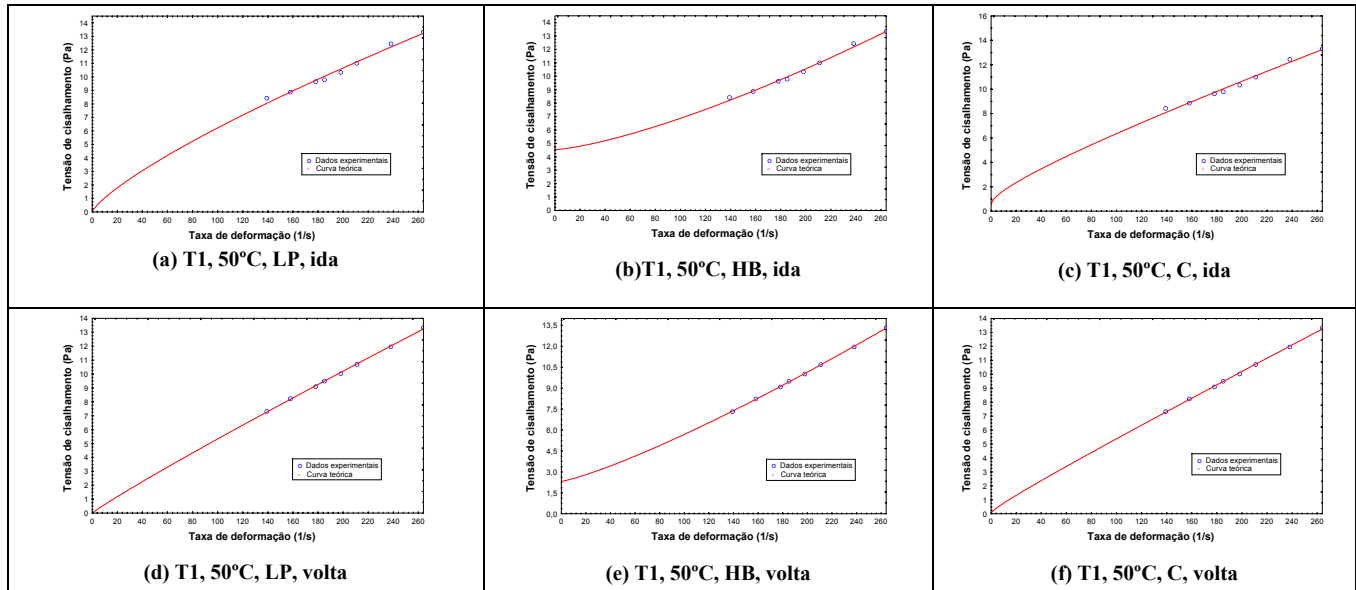


Figura 11 - Reogramas à temperatura de 50°C para a fase sobrenadante obtida à temperatura T1, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

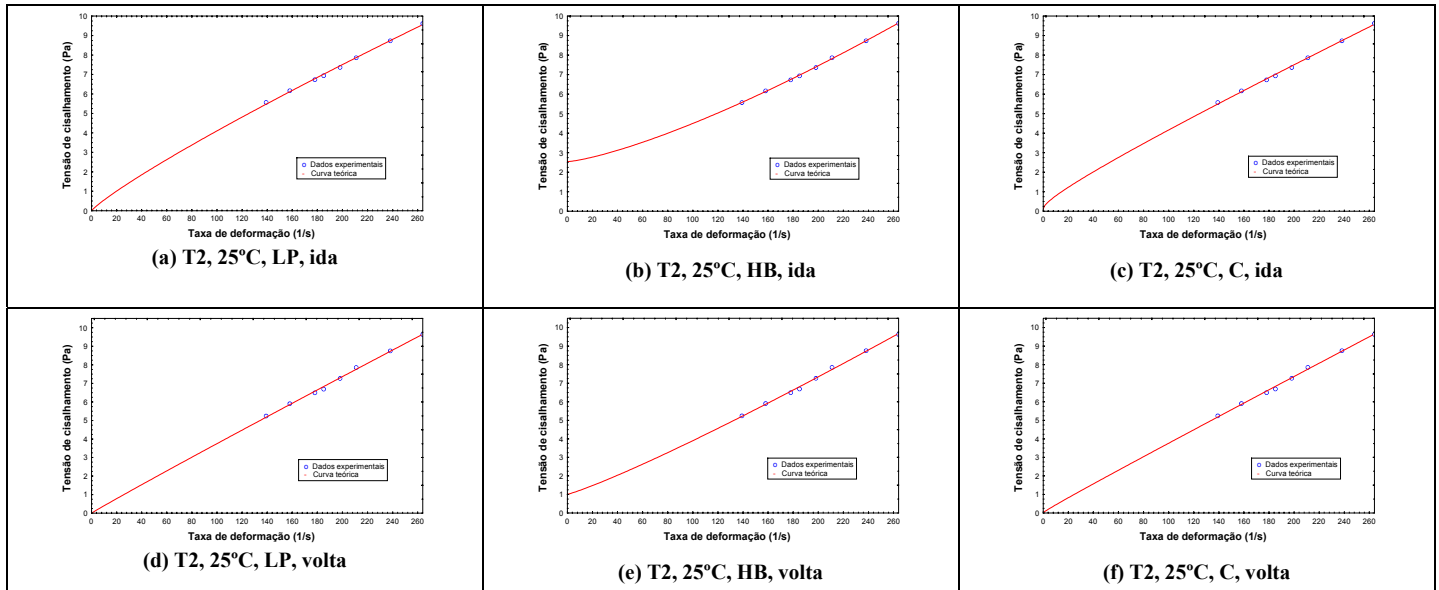


Figura 12 - Reogramas à temperatura de 25°C para a fase sobrenadante obtida à temperatura T2, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

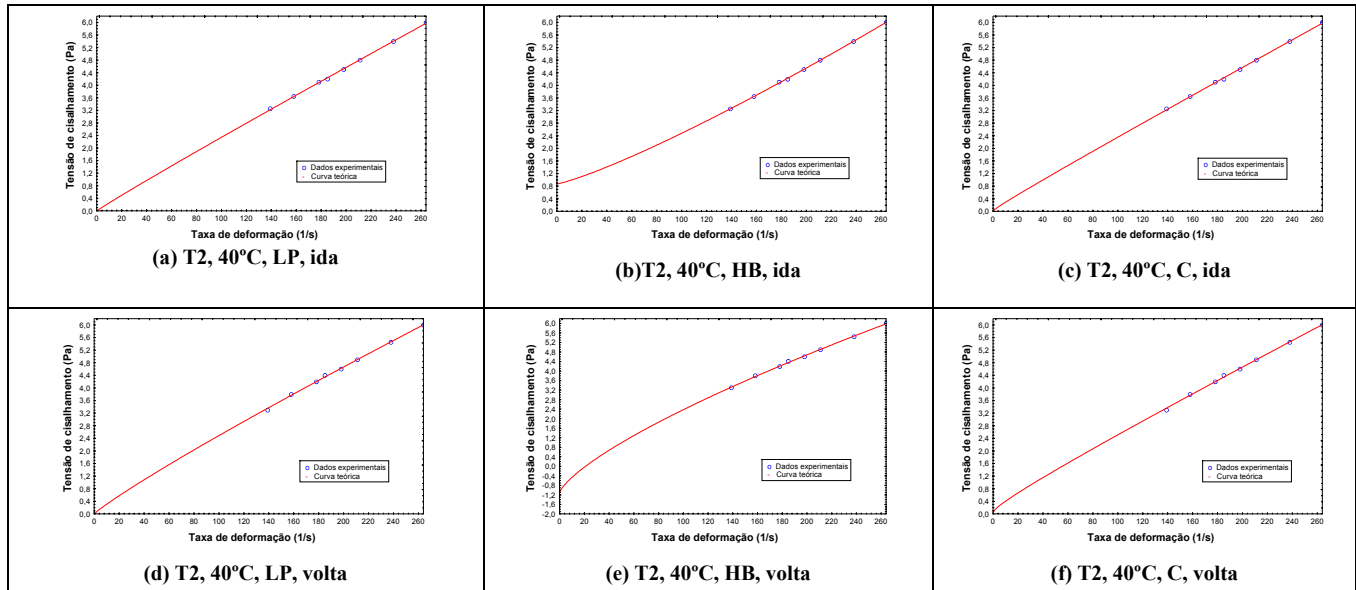


Figura 13 - Reogramas à temperatura de 40°C para a fase sobrenadante obtida à temperatura T2, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

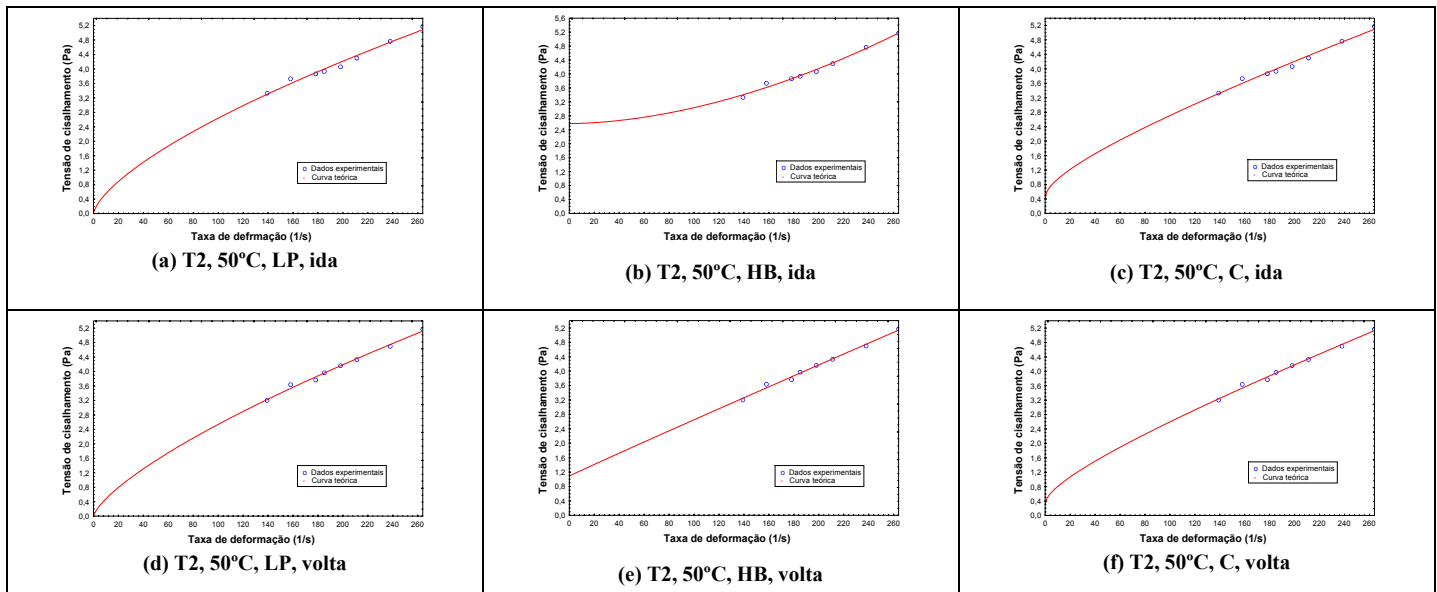


Figura 14 - Reogramas à temperatura de 50°C para a fase sobrenadante obtida à temperatura T2, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

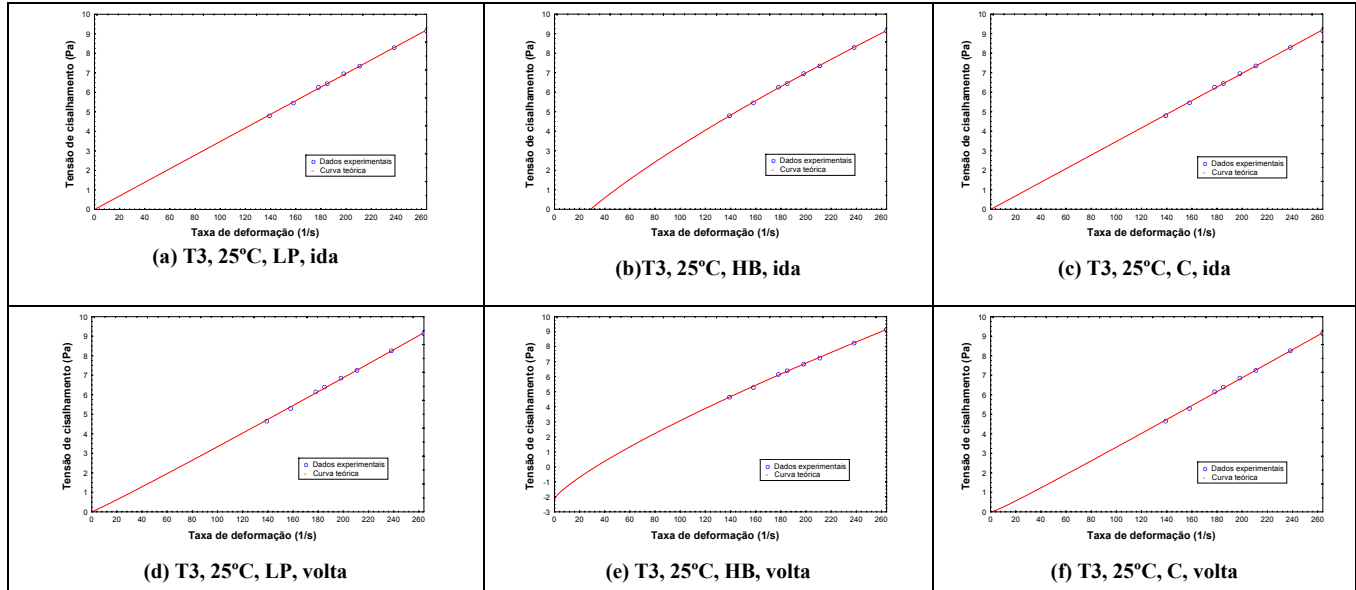


Figura 15 - Reogramas à temperatura de 25°C para a fase sobrenadante obtida à temperatura T3, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

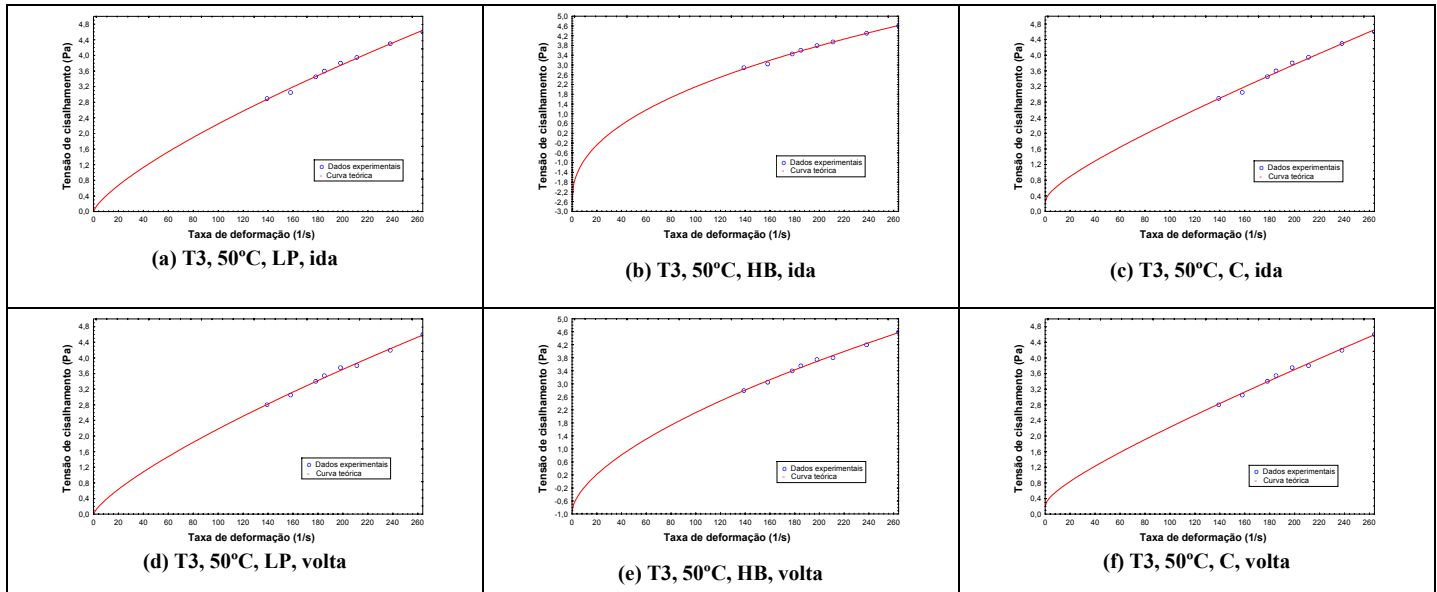


Figura 16 - Reogramas à temperatura de 50°C para a fase sobrenadante obtida à temperatura T3, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

3. Análise matemática para os extratos correspondentes à fase precipitada formulada:

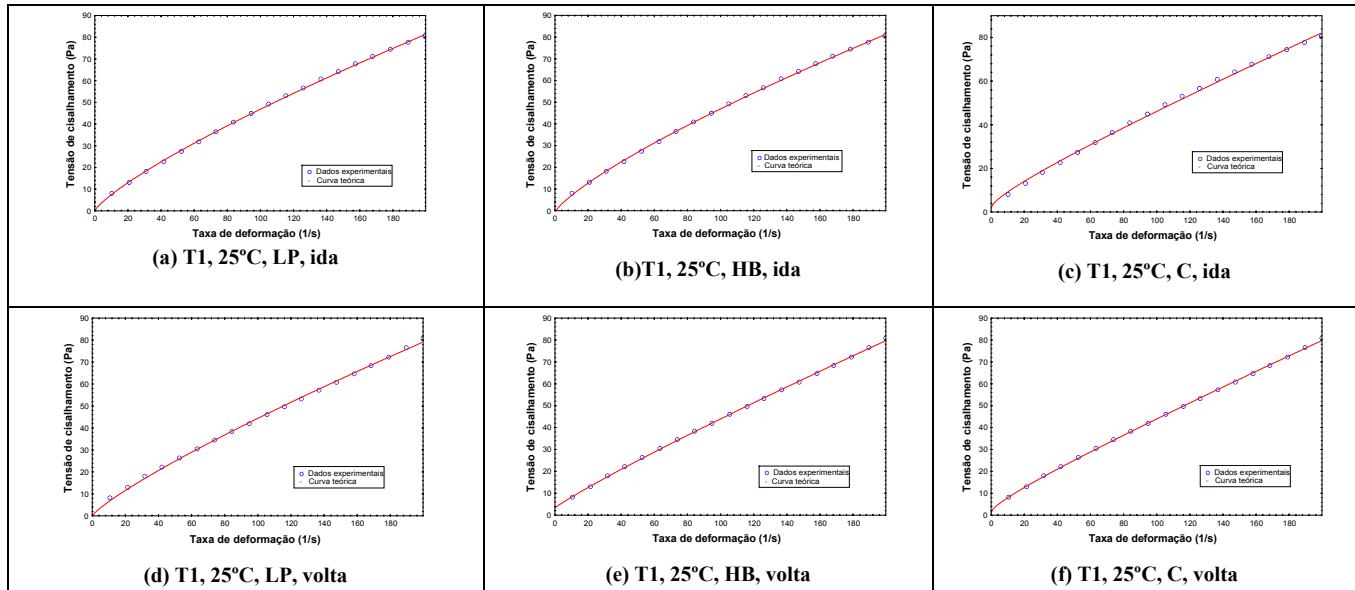


Figura 17 - Reogramas à temperatura de 25°C para a fase precipitada formulada obtida à temperatura T1, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

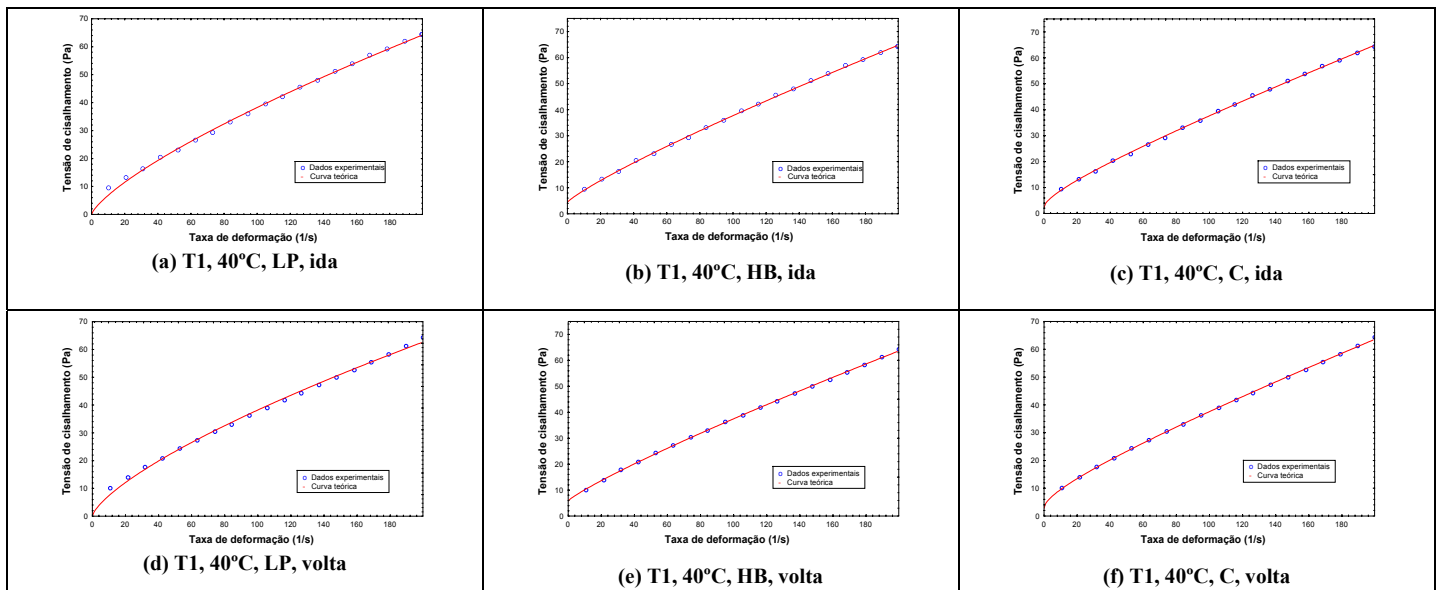


Figura 18 - Reogramas à temperatura de 40°C para a fase precipitada formulada obtida à temperatura T1, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

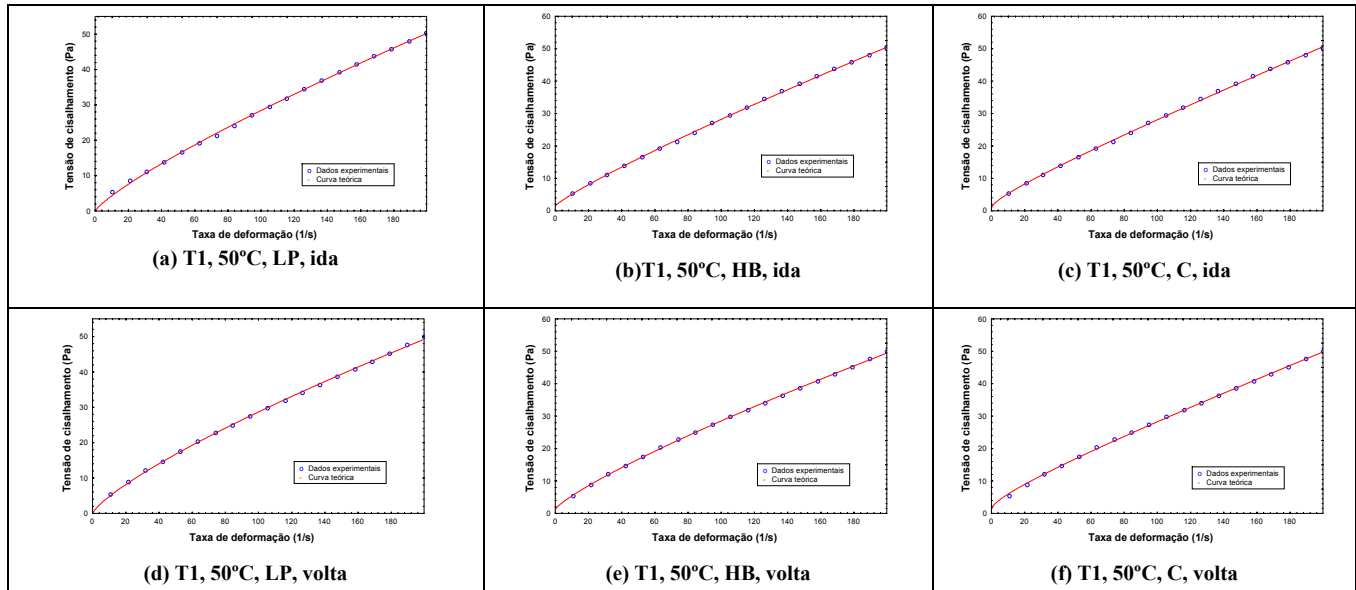


Figura 19 - Reogramas à temperatura de 50°C para a fase precipitada formulada obtida à temperatura T1, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

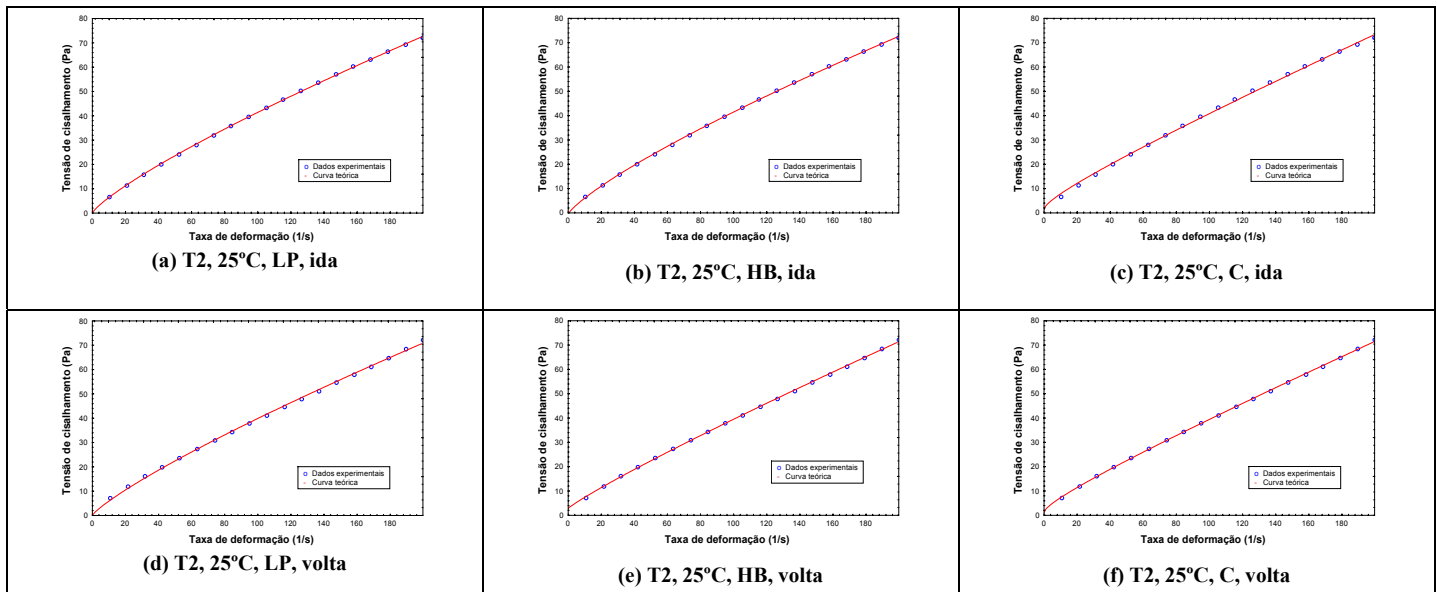


Figura 20 - Reogramas à temperatura de 25°C para a fase precipitada formulada obtida à temperatura T2, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

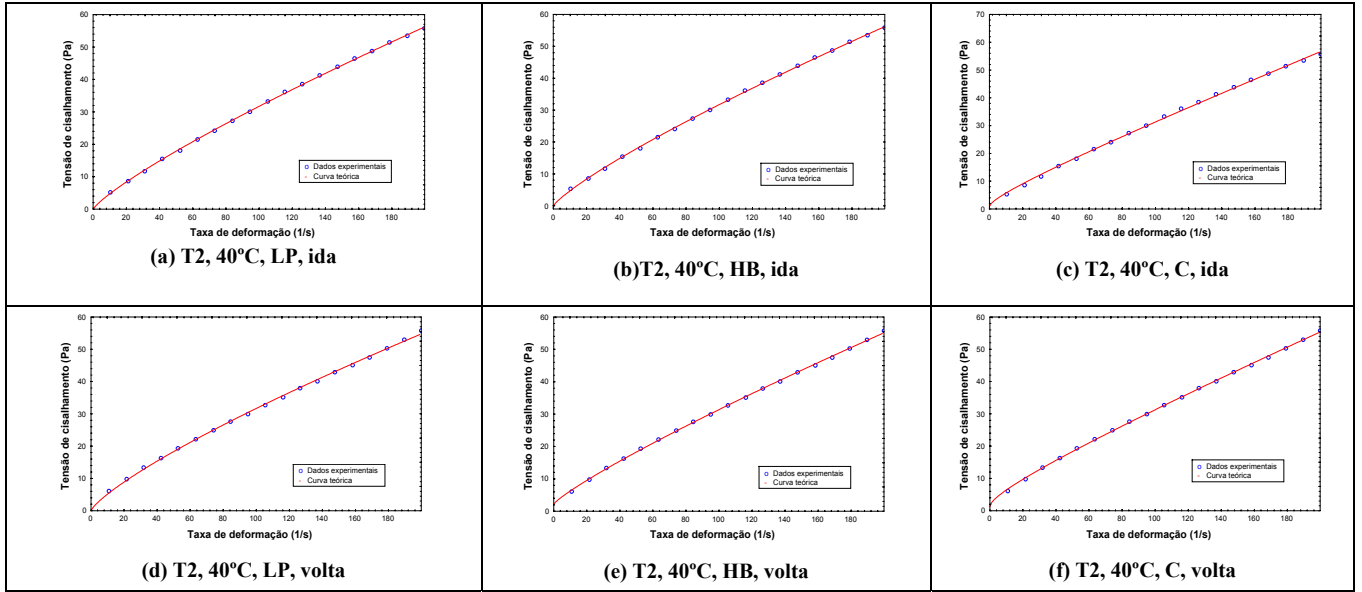


Figura 21 - Reogramas à temperatura de 40°C para a fase precipitada formulada obtida à temperatura T2, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

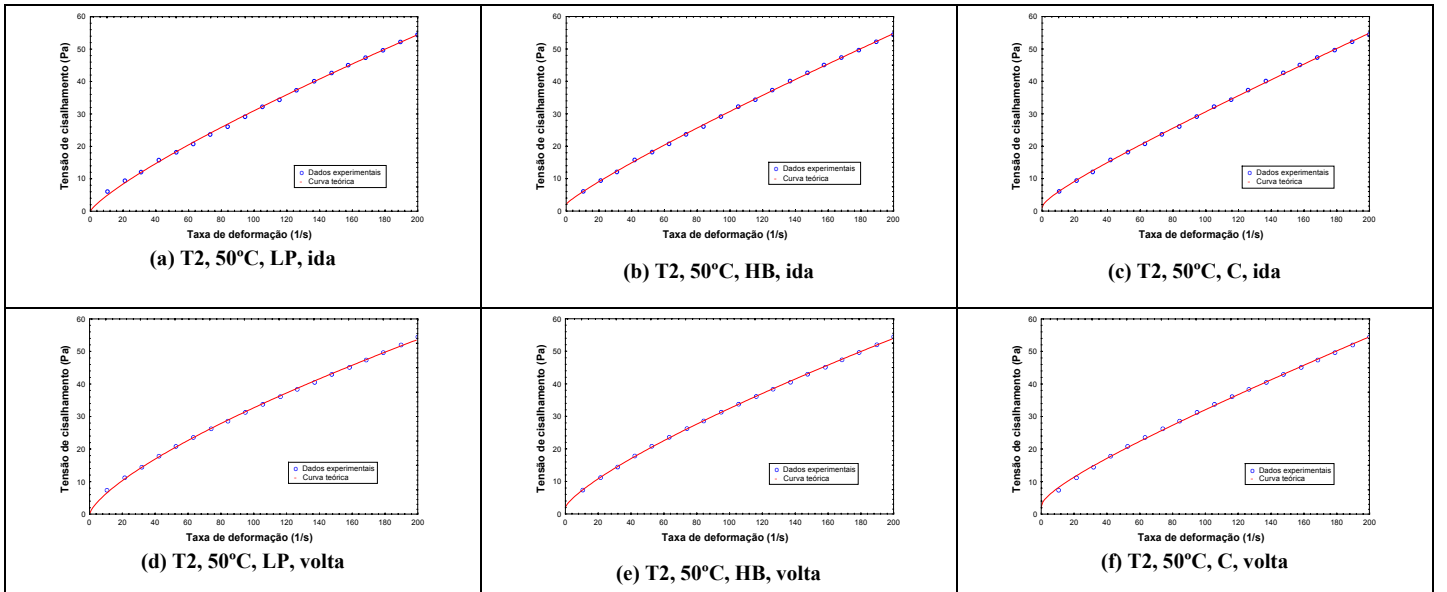


Figura 22 - Reogramas à temperatura de 50°C para a fase precipitada formulada obtida à temperatura T2, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

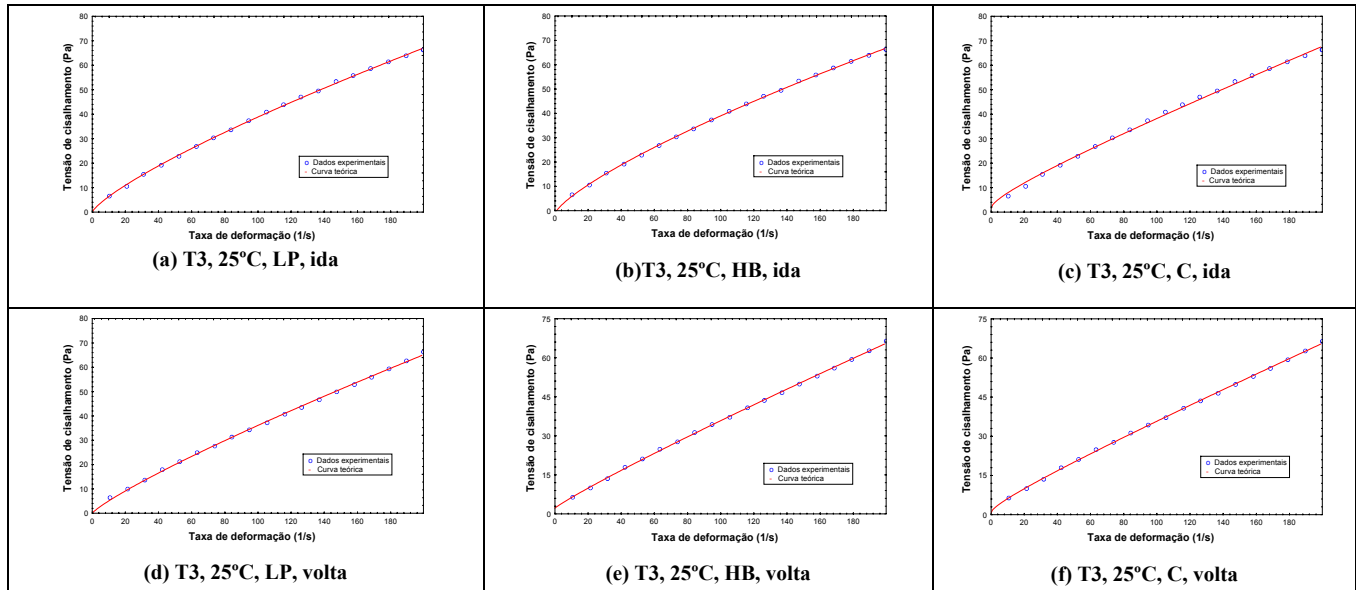


Figura 23 - Reogramas à temperatura de 25°C para a fase precipitada formulada obtida à temperatura T3, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)

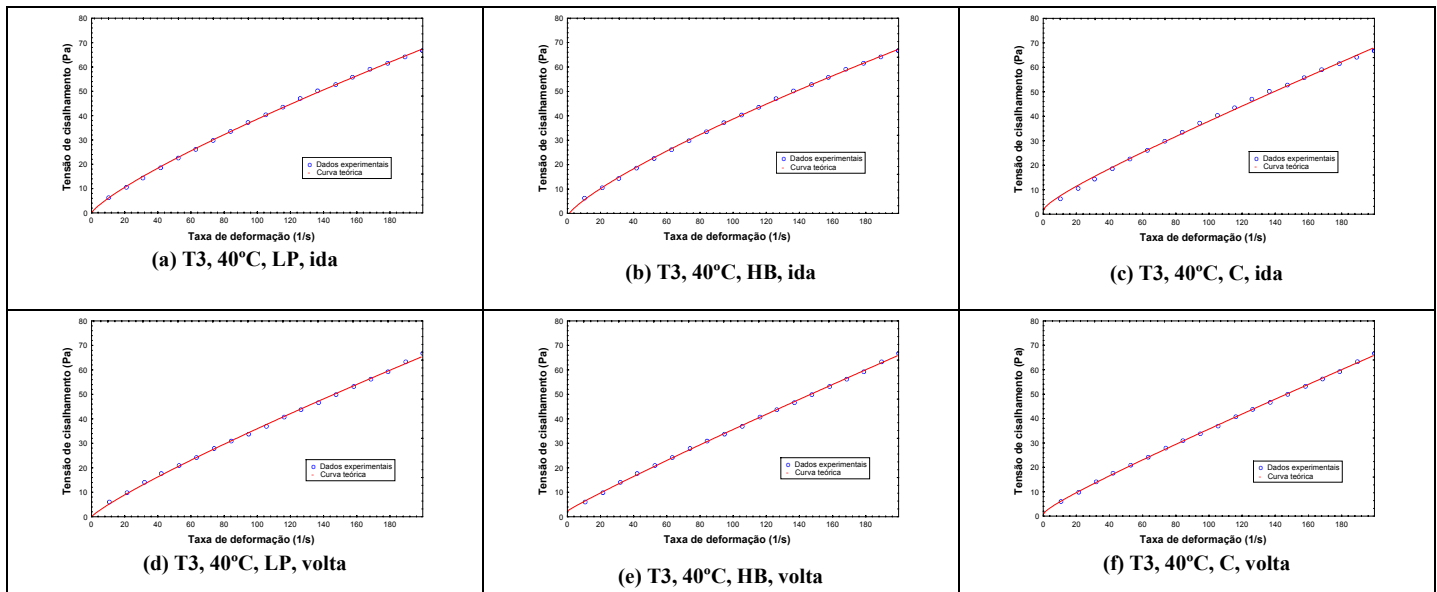


Figura 24 - Reogramas à temperatura de 40°C para a fase precipitada formulada obtida à temperatura T3, analisados de acordo com os modelos matemáticos LP, HB e C, para taxas de deformação crescente (ida) e decrescente (volta)