

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS
DEPARTAMENTO DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

ESTUDO DE TECNOLOGIA PARA ESTABILIZAÇÃO FÍSICA, SENSORIAL E MICROBIOLÓGICA DE EXTRATO LÍQUIDO DE CAFÉ COM E SEM ADIÇÃO DE AÇÚCAR E EDULCORANTES, EM SACHES.

Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia de Alimentos da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do título de Mestre em Tecnologia de Alimentos.

Carolynne Bitencourt Faria

Engenheira de Alimentos

Prof. Dr. Roberto Hermínio Moretti

Orientador

Campinas – SP

2010

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FEA – UNICAMP

Sa47a Faria, Carolyne Bitencourt
Estudo de tecnologia para estabilização física, sensorial e microbiológica de extrato líquido de café com e sem adição de açúcar e edulcorantes, em sachês / Carolyne Bitencourt Faria. -- Campinas, SP: [s.n.], 2010.

Orientador: Roberto Hermínio Moretti
Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de Campinas.
Faculdade de Engenharia de Alimentos

1. Café. 2. Análise sensorial. 3. Edulcorante. 4. Antioxidante.
I. Moretti, Roberto Hermínio. II. Universidade Estadual de
Campinas.Faculdade de Engenharia de Alimentos. III. Título.

(lpm/fea)

Titulo em inglês: Study of stabilization technology for physical, sensory and
Microbiological liquid extract of coffee with and without added
Sugar and sweeteners pouch

Palavras-chave em inglês (Keywords): Coffee, Sensory, Sweeteners, Antioxidant

Titulação: Mestre em Tecnologia de Alimentos

Banca examinadora: Roberto Hermínio Moretti

Helena Maria André Bolini

José Gilberto Jardine

Data de defesa:

Programa de Pós Graduação: Programa em Tecnologia de Alimentos

Este exemplar corresponde à redação final da dissertação defendida em ____________ por Carlyne Bitencourt Faria aprovado pela comissão julgadora em ____________ .

Prof. Dr. Roberto Hermínio Moretti
DTA/FEA (Orientador)

Profa. Dra. Helena Maria André Bolini
DEPAN/FEA – Unicamp (Titular)

Prof.Dr. Flávio Luís Schmidt
DTA/FEA – Unicamp (Suplente)

Dr. José Gilberto Jardine
EMBRAPA (Titular)

Dr. Roberto Machado de Moraes
ITAL (Suplente)

Conceda-nos Senhor a serenidade necessária para aceitar as coisas que não
podemos modificar
Coragem, para modificar aquela que podemos e
Sabedoria para distinguir umas das outras.

Autor desconhecido

Aos meus pais Rogério e Maria do Carmo
À meus irmãos Peter e Danielle
Ao meu amor Floriano

Dedico

AGRADECIMENTOS

À Deus primeiramente, sem o qual nada disso seria possível.

À minha família pelo incentivo, apoio e amor sempre presentes apesar da distância.

Ao meu Floriano, pelo companheirismo sempre presente, dedicação, apoio, amizade e principalmente pelo seu amor

À Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia de Alimentos, Departamento de Tecnologia de Alimentos pela oportunidade de realização deste trabalho.

À Capes pela bolsa de estudos concedida para a realização deste trabalho.

À FAPESP pelo apoio e financiamento do trabalho.

Ao professor Roberto Hermínio Moretti pela orientação e ensinamentos.

À professora Helena Texeira Godoy pelas análises e conselhos.

Ao professor Flavio Luiz Schmidt e ao Dr. Homero Gumerato, pelos conselhos, apoio, ajuda e amizade.

Aos funcionários do Laboratório de Frutas e Hortaliças, Ana Koon, Bernadete, Denir, pela ajuda, apoio e amizade, meu muito obrigado.

Aos funcionários do Laboratório de Microbiologia e Instrumentação do Departamento de Tecnologia de Alimentos, Diana, Diego e Renata, pela ajuda e amizade.

Aos amigos e Funcionários do Departamento de Tecnologia de Alimentos pela amizade e conselhos.

Às estudantes de iniciação científica Laís e Beatriz pela ajuda, companheirismo e amizade sempre presente.

Às empresas Cia Cacique de Café Solúvel na pessoa de Maria Paula pela doação de amostras de extrato de café, a DaTerra Coffee na pessoa do Sr. Leopoldo pela doação do café torrado utilizado no experimento, a Diadema Embalagens na pessoa do Sr. Samuel pela doação das embalagens.

Meu muito obrigado a todos!

SUMÁRIO

ÍNDICE.....	vii
ANEXO.....	x
ÍNDICE DE TABELAS.....	x
ÍNDICE DE GRÁFICOS.....	xiii
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xiii
RESUMO.....	xv
ABSTRACT.....	xvii

ÍNDICE

1 – INTRODUÇÃO.....	1
2 – OBJETIVO.....	2
3 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	2
3.1- CAFÉ.....	2
3.1.1- CONSUMO DE CAFÉ NO BRASIL	4
3.1.2 - COMPOSIÇÃO DO CAFÉ E SUA INFLUÊNCIA NO EXTRATO DE CAFÉ	7
3.1.3 - PRODUÇÃO DO EXTRATO DE CAFÉ	11
3.2 – ANTIOXIDANTES E ANTIMICROBIANOS OU CONSERVANTES.....	13
3.2.1 – TIPOS DE MICROBIANOS E ANTIOXIDANTES	15
3.2.1.1 - ÁCIDO BENZÓICO	15
3.2.1.2 - PARABENOS.....	16
3.2.1.3 – ASCORBATO.....	17
3.2.1.4 - SULFITO	17
3.3- EDULCORANTES.....	18
3.3.1. SACARINA.....	19
3.3.2 – CICLAMATO	20
3.3.3 – ACESSULFAME K.....	21
4 - MATERIAIS E MÉTODOS.....	23
4.1 - PRODUÇÃO DO EXTRATO DE CAFÉ.....	23
4.1.1- ESCOLHA DO CAFÉ E DA TORRA A SER UTILIZADA	23
4.1.2 – MOAGEM DO CAFÉ UTILIZADO NAS COLUNAS DE EXTRAÇÃO.....	24
4.1.3 - DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO FINAL DE SÓLIDOS SOLÚVEIS DA BEBIDA CAFÉ.	24
4.1.4 - EXTRAÇÃO NO EQUIPAMENTO – PRODUÇÃO DA MATÉRIA PRIMA	25

4.2 – FORMULAÇÃO.....	27
4.2.1- ANTIOXIDANTES E CONSERVANTES UTILIZADOS – LEGISLAÇÃO ...	27
4.2.1.1 – CONSERVANTES	27
4.2.1.2 - ANTIOXIDANTE	28
4.2.2- TESTES PRELIMINARES REALIZADOS PARA SELEÇÃO DOS CONSERVANTES E ANTIOXIDANTES.....	28
4.2.3 – CONCENTRAÇÃO DOS ANTIMICROBIANOS E ANTIOXIDANTES UTILIZADOS.....	29
4.2.4 - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE AÇÚCAR A SER UTILIZADO NA FORMULAÇÃO.....	30
4.2.5- DETERMINAÇÃO DO EDULCORANTE A SER UTILIZADO NA FORMULAÇÃO.....	31
4.3 – EMBALAGEM.....	33
4.4 - PREPARO DAS FORMULAÇÕES A BASE DE EXTRATO DE CAFÉ LÍQUIDO.....	33
4.4.1 - FORMULAÇÃO COM AÇÚCAR.....	33
4.4.2- FORMULAÇÃO COM EDULCORANTE.....	34
4.4.3 - FORMULAÇÃO NATURAL.....	34
4.5 - TEMPO DE ARMAZENAMENTO.....	35
4.5.1 - DETERMINAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS	35
4.5.1.1 – DETERMINAÇÃO DA VISCOSIDADE	36
4.5.1.2 – DETERMINAÇÃO DA VARIAÇÃO TOTAL DA COR.....	36
4.5.1.3 – DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS TOTAIS.....	37
4.5.2 – ANÁLISES CROMATOGRÁFICAS	38
4.5.2.1 - QUANTIFICAÇÃO DE CAFEÍNA E ÁCIDO CLOROGÊNICO POR HPLC NAS FORMULAÇÕES DE EXTRATO LÍQUIDO CONCENTRADO DE CAFÉ.....	38
4.5.3 - ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS.....	40
4.6 - ANÁLISES SENSORIAIS.....	40
4.6.1 – ANÁLISE SENSORIAL DE VIDA DE PRATELEIRA	40
4.6.2 – ANÁLISE SENSORIAL AVALIATIVA ENTRE TRÊS TIPOS DE CAFÉS.....	42
5 - RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	43
5.1 – GRAU DE TORRA DO CAFÉ UTILIZADO NAS COLUNAS DE EXTRAÇÃO PARA A PRODUÇÃO DO EXTRATO DE CAFÉ.....	43
5.2 - DETERMINAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS DURANTE O TEMPO DE ESTOCAGEM DE 30 DIAS.....	44
5.2.1 – DETERMINAÇÃO DO TEOR DE PROTEÍNA (NITROGÊNIO TOTAL X 6,25).....	44
5.2.2 – DETERMINAÇÃO DE SÓLIDOS TOTAIS.....	45
5.2.3 - TEOR DE CINZAS.....	47
5.2.4 – TEOR DE SÓLIDOS SOLÚVEIS.....	48
5.2.5 – DETERMINAÇÃO DO VALOR DE pH.....	49
5.2.6 – DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ TOTAL TITULÁVEL.....	50

5.2.7 – DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE DE ÁGUA (A_w)	53
5.2.8 – DETERMINAÇÃO DO TEOR DE AÇÚCARES TOTAIS E AÇÚCARES REDUTORES	54
5.2.9 – DETERMINAÇÃO DA VARIAÇÃO DA VISCOSIDADE.....	56
5.2.10 – DETERMINAÇÃO DA VARIAÇÃO DA COR.	60
5.2.11 – DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS TOTAIS.....	63
5.3 – ANÁLISES CROMATOGRAFICAS.....	65
5.3.1 – CONCENTRAÇÃO DE ÁCIDO CLOROGÊNICO E CAFEÍNA DETERMINADO POR HPLC	65
5.3.2 – QUANTIFICAÇÃO DOS COMPOSTOS 2-ETIL PYRAZINA E 3-METILBUTANÓICO NAS FORMULAÇÕES DURANTE O TEMPO DE ESTOCAGEM.....	68
5.4 - ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS.....	71
6 – ANÁLISE SENSORIAL.....	74
6.1 – RESULTADO DO TESTE AFETIVO REALIZADO DURANTE A ANÁLISE SENSORIAL.....	74
6.2 – RESULTADO DAS ANÁLISES SENSORIAIS.....	75
6.2.1 – COMPORTAMENTO SENSORIAL DA FORMULAÇÃO COM AÇÚCAR, ARMAZENADO A -18°C DURANTE O TEMPO DE ESTOCAGEM.....	75
6.2.2 – COMPORTAMENTO SENSORIAL DA FORMULAÇÃO COM AÇÚCAR, ARMAZENADO A $10 \pm 2^{\circ}\text{C}$ DURANTE O TEMPO DE ESTOCAGEM.....	76
6.2.3 – COMPORTAMENTO SENSORIAL DA FORMULAÇÃO COM AÇÚCAR, ARMAZENADO A $25 \pm 3^{\circ}\text{C}$ DURANTE O TEMPO DE ESTOCAGEM.....	77
6.2.4 – COMPORTAMENTO SENSORIAL DA FORMULAÇÃO COM EDULCORANTE, ARMAZENADO -18°C DURANTE O TEMPO DE ESTOCAGEM.....	78
6.2.5 – COMPORTAMENTO SENSORIAL DA FORMULAÇÃO COM EDULCORANTE, ARMAZENADO $10 \pm 2^{\circ}\text{C}$ DURANTE O TEMPO DE ESTOCAGEM.....	79
6.2.6 – COMPORTAMENTO SENSORIAL DA FORMULAÇÃO COM EDULCORANTE, ARMAZENADO $25 \pm 3^{\circ}\text{C}$ DURANTE O TEMPO DE ESTOCAGEM.....	80
6.2.7 – COMPARAÇÃO ENTRE AS AMOSTRAS DA FORMULAÇÃO COM AÇÚCAR DURANTE O TEMPO DE ARMAZENAMENTO DE 10, 20 e 30 DIAS EM TRÊS DIFERENTES TEMPERATURAS.	81
6.2.8 – COMPARAÇÃO ENTRE AS AMOSTRAS DA FORMULAÇÃO COM EDULCORANTE DURANTE O TEMPO DE ARMAZENAMENTO DE 10, 20 e 30 DIAS EM TRÊS DIFERENTES TEMPERATURAS.	83
6.2.9 – AVALIAÇÃO SENSORIAL DA FORMULAÇÃO NATURAL DE EXTRATO DE CAFÉ LÍQUIDO.....	84
6.3 – COMPARAÇÃO ENTRE O EXTRATO DE CAFÉ PRODUZIDO, O EXTRATO DE CAFÉ COMERCIAL E O CAFÉ COADO.....	85
7 – CONCLUSÃO.....	87
8 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	89

ANEXOS

1- ANÁLISE SENSORIAL.....	1
1.1- TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO.....	1
TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO.....	1
1.2 - FICHAS SENSORIAIS APLICADAS.....	2
1.2.1 – FICHAS SENSORIAIS APLICADAS NOS TESTES DE ORDENAÇÃO	2
1.2.2 - FICHAS APLICADAS NA PRIMEIRA ANÁLISE SENSORIAL REALIZADA.	3
1.2.3 - FICHAS APLICADAS EM 10, 20 E 30 DIAS DE ARMAZENAMENTO DAS	
AMOSTRAS COM ADIÇÃO DE AÇÚCAR E EDULCORANTE.....	5
1.3 – QUESTIONÁRIO APLICADO DURANTE AS ANÁLISES	
SENSORIAIS.....	6

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1- Consumo Interno de café em sacas e per - capita - Brasil	6
Tabela 2 - Resultado obtido do Teste sensorial de ordenação preferência para 10%, 7% e 4% de açúcar.	31
Tabela 3 - Resultado obtido do Teste sensorial de ordenação preferência para a mistura de edulcorantes utilizada.	32
Tabela 4 - Teor de proteínas (Teor de nitrogênio total x 6,25) das formulações com e sem adição de açúcar e edulcorantes, armazenadas em três diferentes temperaturas no tempo de estocagem de 10 dias.	45
Tabela 5 – Teor de Sólidos Totais (%) das formulações com e sem adição de açúcar e edulcorante durante 1, 10, 20 e 30 dias de estocagem a três diferentes temperaturas.	46
Tabela 6 – Teor de Cinzas (%) das formulações com e sem adição de açúcar e edulcorantes durante 1, 10, 20 e 30 dias de estocagem a três diferentes temperaturas.	47
Tabela 7 – Valor de °Brix das formulações com e sem adição de açúcar durante 1, 10, 20 e 30 dias de estocagem a três diferentes temperaturas.	48

Tabela 8 – Atividade de água das formulações com e sem adição de açúcar e edulcorantes durante 1, 10, 20 e 30 dias de estocagem a três diferentes temperaturas.	53
Tabela 9 – Teores de açúcares redutores (%) nas formulações com e sem adição de açúcar e edulcorante durante 1, 10, 20 e 30 dias de estocagem, em três diferentes temperaturas.	54
Tabela 10 – Teor de açúcares totais (%) nas formulações com e sem adição de açúcar e edulcorante durante 1, 10, 20 e 30 dias de estocagem, em três diferentes temperaturas.	55
Tabela 11 - Viscosidade (mPa) medida a 4°C das formulações com e sem adição de açúcar e edulcorante durante 1, 10, 20 e 30 dias de estocagem, em três diferentes temperaturas.	56
Tabela 12 – Resultados obtidos por ANOVA – viscosidade a 4°C	57
Tabela 13 – Viscosidade (mPa) medida a 25°C das formulações com e sem adição de açúcar e edulcorante durante 1, 10, 20 e 30 dias de estocagem, em três diferentes temperaturas.	58
Tabela 14 – Resultados obtidos por ANOVA – Viscosidade a 25°C	58
Tabela 15 - Energia de ativação e constante de Arrhenius (k_0).....	59
Tabela 16 – Turbidez das formulações com e sem Açúcar e edulcorantes armazenadas em três diferentes temperaturas no tempo de estocagem de 30 dias. .	63
Tabela 17 - Teor de lipídios total (%) nas formulações Açúcar, Edulcorante e Natural com o tempo de estocagem, em três diferentes temperaturas.....	63
Tabela 18 – Resultados obtidos por ANOVA – Variação do teor de Lipídios totais. ...	64
Tabela 19 – Concentração de ácido Clorogênico (g/L) presente nas três formulações Açúcar, Edulcorante e Natural, armazenada a três diferentes temperaturas por 45 dias.	65
Tabela 20 – Concentração de Cafeína (g/L) presente nas três formulações: Açúcar, Edulcorante e Natural, armazenada a três diferentes temperaturas por 45 dias.....	66
Tabela 21 - Concentração de 2-etil pirazina ($\mu\text{g/mL}$) presente nas três formulações: Açúcar, Edulcorante e Natural, armazenadas a três diferentes temperaturas por 45 dias.	68

Tabela 22 - Concentração do ácido 3-metilbutanóico ($\mu\text{g/mL}$) presente nas três formulações: Açúcar, Edulcorante e Natural, armazenadas a três diferentes temperaturas por 45 dias.....	69
Tabela 23 – Resultado das análises microbiológicas realizadas nas amostras em 1 dia de processamento.	71
Tabela 24 – Resultado das análises microbiológicas realizadas nas amostras em 15 dias de processamento.	72
Tabela 25 – Resultado das análises microbiológicas realizadas nas amostras em 30 dias de processamento.	72
Tabela 26 – Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com açúcar armazenada a -18°C	75
Tabela 27 – Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com açúcar armazenada a $10 \pm 2^{\circ}\text{C}$	76
Tabela 28 – Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com açúcar armazenada a $25 \pm 3^{\circ}\text{C}$	77
Tabela 29 – Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com edulcorante armazenada a -18°C	78
Tabela 30 – Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com edulcorante armazenada a $10 \pm 2^{\circ}\text{C}$	79
Tabela 31 – Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com edulcorante armazenada a $25 \pm 3^{\circ}\text{C}$	80
Tabela 32 - Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com açúcar armazenada há 10 dias.	81
Tabela 33 - Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com açúcar armazenada há 20 dias.	81
Tabela 34 - Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com açúcar armazenada há 30 dias.	82
Tabela 35 – Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com edulcorante armazenada há 10 dias.	83
Tabela 36 – Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com edulcorante armazenada há 20 dias.	83
Tabela 37 – Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com edulcorante armazenada há 30 dias.	84

Tabela 38– Médias obtidas da comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade entre três tipos de cafés preparados a partir do extrato produzido, do extrato comercial e do café moído.	85
---	----

ÍNDICE DE GRÁFICOS

Gráfico 1– Curvas de extração obtidas do processo de extração em colunas em série no equipamento utilizado.....	26
Gráfico 2– Gráfico de curva de extração pela torra utilizada.....	43
Gráfico 3 – Variação do pH durante o tempo de estocagem da Formulação Açúcar em três diferentes temperaturas.....	49
Gráfico 4 - Variação do pH durante o tempo de estocagem da Formulação Edulcorante em três diferentes temperaturas.....	49
Gráfico 5 - Variação do pH durante o tempo de estocagem da Formulação Natural em três diferentes temperaturas.....	50
Gráfico 6 – Variação da Acidez total titulável em Volume (mL) de NaOH 1N / 100 mL da Formulação com Açúcar, ao longo de 30 dias.	51
Gráfico 7 – Variação da Acidez total titulável em Volume (mL) de NaOH 1N / 100 mL da Formulação com Edulcorante, ao longo de 30 dias.	51
Gráfico 8 – Variação da Acidez total titulável em Volume (mL) de NaOH 1N / 100 mL da Formulação Natural, ao longo de 30 dias.....	52
Gráfico 9- Variação da cor da Formulação com Adição de açúcar armazenada a diferentes temperaturas com o tempo.....	60
Gráfico 10 - Variação da cor da Formulação com adição de Edulcorantes armazenada a diferentes temperaturas com o tempo.	61
Gráfico 11 - Variação da cor da Formulação Natural armazenada a diferentes temperaturas com o tempo.....	62

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1– Fórmula molecular do Benzoato de sódio	16
Figura 2– Fórmula molecular do metabissulfito de sódio	18
Figura 3- Estrutura química da sacarina (CÂNDIDO e CAMPOS, 1996)	20
Figura 4 - (Ácido ciclohexansulfâmico).....	21
Figura 5 - (Sal potássico da sulfonamida cíclica 6-metil 1,2,3-oxatiazima-4(3H)- ona-2,2-dióxido)	22
Figura 6 – Bateria de extração	25
Figura 7 – Modo de apresentação do café ao provador na realização da análise sensorial.....	41

RESUMO

O café é um dos produtos mais negociados e consumidos no mundo, sendo consumidos por pessoas de diversas idades, religiões e localidades geográficas. Com a busca por facilidade e comodidade no preparo de um café pelo consumidor, cresce cada vez mais o mercado de cafés solúveis. Este trabalho se propôs a produzir um extrato líquido de café que tivesse características sensoriais adequadas e boa aceitação pelos consumidores e, a partir deste, produzir uma formulação de extrato de café líquido com e sem adição de açúcar e edulcorantes.

Para a obtenção do extrato líquido concentrado de café foi utilizado um extrator em série com sete colunas, a esse extrato foram adicionados antioxidantes (ascorbato de sódio e meta-bissulfito de sódio) e conservantes (metil parabeno e benzoato de sódio) permitidos pela legislação. O extrato obtido apresentou 17 Brix e DOR de 1,2. Foram feitas formulações com e sem adição de açúcar e edulcorantes (sacarina e ciclamato monossódico). O extrato líquido concentrado de café foi envasado em embalagens tipo saches de 100g, compostas de filme de poliéster, alumínio e polietileno, que visa proteger o produto da luz e oxigênio. Estes foram divididos em lotes sendo acondicionados sob refrigeração ($10 \pm 2^\circ\text{C}$), congelamento (-18°C) e também a temperatura ambiente ($25 \pm 3^\circ\text{C}$), e foram estudados no tempo de estocagem de até 30 dias.

Foram realizadas análises sensoriais comparativas em nível de consumidor entre os cafés durante o tempo de estocagem, onde se avaliou o aroma, sabor, doçura e impressão global. Também foi feita uma análise sensorial comparativa do extrato líquido produzido com o extrato líquido comercial e o café coado.

As determinações físico-químicas (pH, acidez titulável, cinzas, umidade, proteínas, lipídios totais, cor e viscosidade) foram realizadas no intervalo de 10 dias ao longo do tempo de estocagem. Nas análises microbiológicas verificou-se a presença de bactérias mesófilas, bolores e leveduras e fungos termorresistentes. Nas análises cromatográficas, realizadas em intervalos de 15 dias, foi estudado a

degradação de quatro compostos presentes no extrato ao longo do tempo de estocagem.

Como resultado pode-se constatar que houve diferença significativa da acidez, pH e viscosidade com o tempo e a temperatura de estocagem, como também alterações microbiológicas sob temperatura ambiente, com crescimento de bactérias mesófilas após 30 dias de armazenamento. Na análise sensorial realizada, houve diferença significativa entre as amostras com açúcar e edulcorante com o tempo e a temperatura de armazenamento, sendo que as notas sensoriais ficaram entre 3 e 5, numa escala de 9 pontos, onde 1- desgostei extremamente e 9-gostei extremamente. Houve diferença significativa entre os três tipos de cafés avaliados, sendo o extrato líquido produzido, devido à sua alta acidez foi considerado o pior.

Foi possível estudar e avaliar o comportamento do extrato líquido com o tempo e as temperaturas de estocagem e deste modo avaliar a possível produção do extrato com e sem adição de açúcar e edulcorantes.

ABSTRACT

Coffee is one of the most traded and consumed products in the world, being consumed by people of different ages, religions and geographic locations. With the search for ease and convenience in the preparation of coffee by a consumer, is the soluble coffee growing market. This study aims to produce a liquid coffee extract which that have sensory characteristics appropriate and well accepted by consumers and from this produce a formulation of liquid coffee extract with or without added sugar and sweeteners.

To obtain a concentrated liquid coffee extract, an extractor was used with seven columns in series. To this extract were added antioxidants (ascorbate and sodium meta-bisulfite) and preservatives (methyl paraben and sodium benzoate) allowed by law. The extract showed 17 Brix and DOR of 1.2. Formulations were made with and without added sugar and sweeteners (saccharin and monosodium cyclamate). The concentrated liquid coffee extract was packaged in sachets of 100g, made of polyester film, aluminum and polyethylene, which aims to protect the product from light and oxygen. These were divided into lots and stored under refrigeration ($10 \pm 2^{\circ}\text{C}$), freezing (-18°C) and also room temperature ($25 \pm 3^{\circ}\text{C}$), and were studied during storage time of 30 days.

Comparative sensory evaluation was carried at the consumer level, among the coffees during storage time where was evaluated the aroma, flavor, sweetness and overall impression. Was also done a comparative sensory evaluation of liquid extract made from the liquid extract and the commercial filtered coffee.

Physicochemical measurements (pH, acidity, ash, moisture, protein, lipid, color and viscosity) were performed at 10 days of storage period. Microbiological analysis was performed to verify the presence of mesophilic bacteria and yeasts molds and heat resistant fungi. In GC analysis were performed every 15 days, to follow the degradation of 4 compounds in the extract during storage.

As a result it were observed that there was a significant high acidity, low pH and viscosity with time and temperature of storage, as well as microbiological

changes in under different temperatures, with growth of mesophilic bacteria after 30 days of storage. In the sensory analysis was no significant difference with time and temperature of storage between samples with sugar and sweetener, and sensory notes were between 3 and 5, in a 9-point scale, where 1 - dislike extremely and 9-like extremely. There were significant differences between the three types of coffees evaluated and the liquid extract produced, due to high acidity, was considered the worst.

It was possible to study and evaluate the behavior of the liquid extract with time and temperature of storage and thus evaluate the potential production of extract with and without added sugar, sweeteners.

1 - INTRODUÇÃO

O consumo mundial de café aumenta a cada ano. Consumido na forma de bebida e em muitas outras aplicações na culinária, sua produção e comercialização empregam cerca de 20 milhões de pessoas em todo o mundo e envolvem grandes cifras e disputas pelos mercados atuais e futuros. Segundo a Conab (2006), a estimativa da safra 2006/07 é de aproximadamente 42.000 mil sacas de café beneficiado. Quando comparada com a produção da safra 2005/06, que foi de 32.944 mil sacas, verifica-se um incremento de 21,56%. (MORAIS et al, 2007).

O café é o segundo produto no rank internacional de comércio logo após o petróleo. O consumo de café é muito popular na Europa, assim como nos EUA e no Japão, mas os tipos de cafés e modalidades de consumo são estritamente associados com os hábitos e as culturas sociais de cada país. As diferenças na composição dos grãos verdes de café, nas condições de torrefação, e nos procedimentos de extração adotados para a preparação do café levam a uma grande diversidade na composição química do produto final. (ILLY, 1995).

A busca por facilidade no preparo de um café, devido muitas vezes à falta de equipamentos ou a falta de tempo num mundo tão globalizado leva à busca de desenvolvimento de processos para a obtenção de produtos que sejam de fácil e rápido preparo, como também tenham boa aceitabilidade. Os cafés filtrados preparados e armazenados em recipientes térmicos para mantê-los aquecidos por um período de tempo reduz sua qualidade sensorial e muitas vezes não é praticável. Por isto é grande interesse pesquisar e desenvolver possibilidades de se estocar um extrato de café sob refrigeração ou a temperatura ambiente, que possa ser preparado com a utilização de água quente ou fria ou com adição a outros produtos.

Embora o tempo de conservação do extrato simples de café seja muito limitado por causa da oxidação e do desenvolvimento de fungos e bactérias, poderia ser possível obter formulações que apresentassem características de café fresco para finalidades comerciais. Apesar de já se ter conhecimento que o armazenamento de café na forma de extrato ou bebidas causa redução das suas características sensoriais, sendo o aumento da acidez no

extrato armazenado durante um período de tempo o principal fator que contribui para limitar sua aceitabilidade. Com este aumento da acidez há acréscimo no sabor amargo, sendo este atribuído à hidrólise ácida de quinino, lactonas e ácido clorogênico que foram formados durante a torrefação do café. (PÉREZ-MARTÍNEZ; SOPELANA; PAZ DE PEÑA; CONCEPCIÓN CID, 2008)

No Brasil, extratos de café são processados para produção de cafés instantâneos ou extratos concentrados para a exportação. Normalmente estes extratos são armazenados congelados a temperaturas de -18 °C ou menores.

2 - OBJETIVO

O objetivo do trabalho foi o estudo da produção e estabilização de um extrato líquido concentrado de café com e sem adição de açúcar e edulcorantes, sendo este envasado em embalagens tipo sachês de alta barreira e armazenado a três diferentes temperaturas: -18 °C, 10±2 °C, 25±3 °C. Avaliar as características sensoriais, físico-químicas, microbiológicas, como também o comportamento cromatográfico de alguns compostos presentes no extrato de café, nos produtos produzidos ao longo de um tempo de estocagem de 30 dias, avaliando sua estabilidade e aceitabilidade.

3 - REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1- CAFÉ

O início do cultivo do café se deu na Etiópia quando uma bebida foi elaborada. Este produto foi exportado para o outro lado do mar vermelho, em Aden, no século XV. Com sua

propriedade de prevenir a sonolência, a suposta bebida tóxica foi proibida pelos Mulçumanos ortodoxos. No entanto, mesmo com a ameaça de penalidades divinas, o uso da bebida se espalhou rapidamente entre os Árabes. (FLAMENT, 2002).

Cem anos depois, em meados do século XVI, a primeira cafeteria foi aberta em Constantinopla, onde o novo hábito provocou a ira dos religiosos. Altas taxas foram aplicadas as cafeterias, mas isso não evitou o crescimento das mesmas. Um século depois, Londres conheceu sua primeira cafeteria. Onde também encontraram problemas, mas não por motivos religiosos, e sim, por motivos políticos. As cafeterias eram consideradas como lugares de sedução. Novamente se impuseram altas taxas, mas novamente sem efeito. (FLAMENT, 2002).

No mesmo período o café foi introduzido na França onde os comerciantes de vinho temeram perder mercado para a nova bebida. E apesar das dificuldades, o café logo se tornou um costume em toda Europa. (FLAMENT, 2002).

Por duas décadas, o único fornecedor de café no mundo era o Iêmen. Para manter o monopólio, leis foram criadas para que as sementes fossem torradas antes de serem exportadas. Os holandeses foram os primeiros a realizar o cultivo do café fora da Arábia. A cidade de Mokha (Mocha) no Mar Vermelho, por ser um ponto de encontro de barcos, caravanas e comerciantes sempre foi muito próspera mesmo antes do surgimento do café na região. E se tornou ainda mais próspera com o comércio de café. Mas sua época de ouro terminou com o surgimento de plantações de café na Indonésia e Índia, o que fez baixar o preço do produto (FLAMENT, 2002).

A produção de café arábica fora do Iêmen, teve início pelo Sri Lanka em 1660, e subsequente em Java em 1700, sendo introduzida pela Companhia Holandesa das Índias. Se espalhando depois pela América Latina e leste da África (ILLY & VIANI, 2005).

A primeira espécie cultivada em larga escala foi a *Coffea arábica* que cresce em montanhas e em encostas úmidas, mas bem drenadas. Atualmente, a *Coffea canephora* C, robusta, também são bastante cultivadas. São espécies que possuem menos exigências para o cultivo, e são muito encontradas na África. (FLAMENT, 2002)

Por volta de 1860, o mercado mundial de café estava em torno de quatro milhões de sacas (60 kg por saca). O *C. arabica* teria sido com certeza a única espécie cultivada se não

fosse tão vulnerável a doenças, principalmente a ferrugem (*Hemileia vastrix*). Devido a essa vulnerabilidade algumas regiões passaram a cultivar *C. canephora*, que ficou conhecido como café robusta. (ILLY & VIANI, 2005).

No Brasil, o café foi introduzido no século XVIII, tornando-se uma das atividades econômicas mais importantes da nação durante várias décadas. O café se espalhou rapidamente pelo Brasil, mas se estabeleceu inicialmente no vale do Paraíba, onde encontrou condições favoráveis. Em 1825, se iniciava um novo ciclo econômico no país (ABIC, 2009).

Atualmente o Brasil é o principal produtor de café do mundo, mas a pouca preocupação com a qualidade do produto é fator principal para a constante perda de mercado no cenário internacional. Falta de qualidade muitas vezes ocasionada por fatores extrínsecos do ambiente de cultivo, cuidados na colheita, secagem e beneficiamento (PIMENTA, 2003).

A busca por produtos de qualidade na indústria de alimentos está em constante crescimento nos últimos anos, resultado de mudanças nas escolhas do consumidor. Estes estão dispostos a pagar mais por produtos com qualidade diferenciada. Em consequência disso, atributos de qualidade estão sendo incorporados aos produtos. A demanda por produtos saudáveis, de qualidade sensorial diferenciada e corretos sob o aspecto sócio-ambiental possibilita a incorporação de novos atributos de qualidade. A categoria dos cafés especiais é fortalecida por esses novos aspectos (ZAMBOLIM, 2000).

3.1.1- CONSUMO DE CAFÉ NO BRASIL

O consumo mundial de café aumenta a cada ano. Consumido na forma de bebida e em muitas outras aplicações na culinária, sua produção e comercialização empregam cerca de 20 milhões de pessoas em todo o mundo e envolvem grandes cifras e disputas pelos mercados atuais e futuros. (MORAIS et al, 2007).

Em 2006, o Brasil exportou 67,8 mil toneladas de café solúvel sendo: 15,9 mil toneladas para União Européia, 10,2 mil toneladas para os Estados Unidos e 7,8 mil toneladas para a Rússia. O café solúvel produzido pelo processo “spray drying” correspondeu a 52,02% das exportações seguido pelo café solúvel embalado 32,9%; freeze dried 10,16%; extrato congelado 3,81% e outros 1,1% (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA DE CAFÉ SOLÚVEL-ABICS, 2009).

Em uma pesquisa sobre consumo encomendada pela ABIC em 2004, e disponibilizada aos seus associados, foi constatado que dos 1460 entrevistados em diversas localidades do país 92% consomem café, dos quais 78% o fazem todos os dias. O consumo de café coado/filtrado é de 93%, seguido pelo solúvel (15%), capuchino (11%), *espresso* (8%) e descafeinado (1%). O conceito de qualidade para os consumidores está associado à pureza e às características sensoriais da bebida (corpo, aroma, sabor), sendo a marca e o preço determinantes na hora da compra. Para os 8% que não consomem café, os principais motivos são a crença de que o café faz mal à saúde, o gosto amargo e o forte sabor residual. Segundo a pesquisa, estima-se que sejam aproximadamente 84 milhões os consumidores de café no Brasil, com um mercado a ser conquistado de 4,5 milhões. Para atrair esses novos consumidores, não basta apenas garantir um café sem impurezas, é necessário garantir um café de qualidade sensorial desejada pelo consumidor, além de novos produtos a base de café. (MENDES, 2005).

O mercado interno de 17,1 milhões de sacas em 2007 representa um consumo per capita de 5,53 kg de café em grãos cru ou 4,42 kg de café torrado, quase 74 litros para cada brasileiro por ano. Houve um aumento de 3,5% em relação ao período anterior, o que confirma a constatação da pesquisa feita pelo instituto TNS InterScience: que os brasileiros estão consumindo mais xícaras de café por dia. Esse resultado coloca o consumo por habitante/ano do Brasil em níveis semelhantes ao de países como Alemanha (5,86 kg/hab/ano), França (5,07 kg/hab/ano) e Itália (5,63 kg/hab/ano). Como pode ser observado na Tabela 1.

Tabela 1- Consumo Interno de café em sacas e per - capita - Brasil

Ano	Consumo (milhões de sacas)		Consumo (Kg/Habitante ano)	
	Somente Torrado/Moído	Total Inclusive Solúvel	Kg Café Verde	Kg Café Torrado
1965		8,1	5,91	4,72
1985	6,0	6,4	2,83	2,27
1990		8,2	3,39	2,71
1991		8,5	3,47	2,78
1992		8,9	3,58	2,87
1993		9,1	3,62	2,89
1994		9,3	3,65	2,92
1995		10,1	3,88	3,11
1996	10,6	11,0	4,16	3,33
1997	11,0	11,5	4,30	3,44
1998	11,6	12,2	4,51	3,61
1999	12,2	12,7	4,67	3,73
2000	12,6	13,2	4,76	3,81
2001	13,0	13,6	4,88	3,91
2002	13,3	14,0	4,83	3,86
2003	12,9	13,7	4,65	3,72
2004	14,1	14,9	5,01	4,01
2005	14,6	15,5	5,14	4,11
2006	15,4	16,3	5,34	4,27
2007	16,1	17,1	5,53	4,42
2008	16,7	17,7	5,64	4,51

Período: novembro – outubro. Sacas de 60 kg

Fonte: ABIC

Entre os fatores que explicam o aumento do consumo de café no Brasil estão a melhoria contínua da qualidade, através do Selo de Pureza e do PQC (Programa de Qualidade do Café); a incorporação de tendências mundiais, como o caso dos Cafés Sustentáveis do Brasil, programa que oferece uma garantia de certificação completa, desde a lavoura até a xícara; o crescimento do consumo fora do lar e do segmento de cafeterias e casas de café, que também ganharam um programa de certificação, o CCQ (Círculo de Café de Qualidade); a melhor percepção do café quanto aos aspectos do benefício à saúde; e a melhora das condições econômicas no Brasil, com aumento do consumo e do poder de compra da população, expansão da massa salarial, “empregabilidade” e crescimento do

contingente de consumidores que migraram das classes D e E para a classe C. (ABIC, 2008).

As sementes usadas na preparação da bebida provêm de diferentes áreas geográficas e, conseqüentemente, os cafés distinguem-se por apresentarem diferentes sabores. Portanto, é muito importante para a obtenção de bebidas finas o estudo do plantio, colheita, armazenamento e torração do café. (MORAIS, S. A. L.; AQUINO, F. J. T.; CHANG R. et al, 2007)

A qualidade do café é avaliada geralmente de acordo com critérios, primeiro quanto ao tipo; seguido do tamanho dos grãos, da cor, da forma. Depois quanto ao método de preparo, o ano de colheita, o sabor e a presença de defeitos. Entre estes, o sabor (qualidade na xícara) e a presença de defeitos (classificação) são os critérios mais importantes empregados mundialmente no comércio do café. No Brasil, os cafés são classificados pelo sabor em uma escala predeterminada. (BANKS, MCFADDEN, & ATKINSON, 1999).

3.1.2 - COMPOSIÇÃO DO CAFÉ E SUA INFLUÊNCIA NO EXTRATO DE CAFÉ

Os grãos de café verde são ricos em compostos fenólicos e polissacarídeos, que são submetidos a profundas transformações moleculares durante a torrefação. (CLIFFORD, 1985 e PACKERT, 1993). Baixa atividade de água e alta temperatura favorecem o desenvolvimento de reação de Maillard, com formação de produtos resultantes da interação entre proteínas e açúcares redutores (FRIEDMAN, 1996). Durante a torrefação do café é provável que compostos fenólicos participem desta reação, tornando-se marrom, formando compostos hidrossolúveis chamados de melanoidinas do café. (NUNES; COIMBRA, 2001). As melanoidinas são um dos maiores componentes da bebida café, chegando até 25% da massa seca (BELITZ, 1987). Diversos estudos sugerem que elas são responsáveis pelas propriedades antioxidantes e pela habilidade de complexar metais em extrato de café (NICOLE et al, 1997; HOMMA, 1995), e também atividade antibacteriana observada.

Apesar de vários tipos de polissacarídeos terem sido propostos como componentes do café, atualmente são considerados como principais arabinogalactano, manano e celulose (CLARKE e VITZTHUM, 2001). Ao contrário dos açúcares com baixo peso molecular, os polissacarídeos não contribuem para a formação de compostos de sabor durante a torra, porém são os mais importantes quando se trata de aroma da bebida (Maier, 1975; Maier e Krause, 1977; citado em FLAMENT, 2002).

Os polissacarídeos solúveis em água extraídos dos grãos de café torrado são o principal componente do material solúvel presente em cafés (REYMOND, 1982). Estes possuem um papel importante na retenção de substâncias voláteis (MAIER, 1975), contribuindo para a viscosidade do café (EHLERS, 1980) e para a sensação cremosa percebida na boca, conhecido como “corpo” (ILLY; VIANI, 1995). Esses são igualmente relacionados à estabilidade da espuma do café, um importante atributo para a qualidade do café (NUNES et al, 1997).

Os ácidos presentes em maior quantidade no café verde são o ácido málico e cítrico. Os resultados obtidos por Maier e Scholze, 1984, citado em CLARKE e VITZTHUM, 2001, indicam valores 5,6 g/kg para o ácido málico e 12,3 g/kg para o ácido cítrico em café arábica, já para o café robusta os valores encontrados foram 3,0 g/kg e 8,6 g/kg, respectivamente. Os ácidos clorogênicos representam a maior fração dos ácidos presentes no café, o segundo mais encontrado é o ácido cítrico. Com relação ao ácido fosfórico verificou-se menor teor no café arábica (1,3g/kg) que no café robusta (1,7g/kg) (Maier e Scholze, 1984, citado em CLARKE e VITZTHUM, 2001).

Os ácidos clorogênicos são destruídos, em sua maioria, durante a torra. Porém, alguns ácidos permanecem intactos por estarem ligados as melanoidinas (HEINRICH e BALTES, 1987; citado em ILLY e VIANI, 2005). É assumido que grande parte dos ácidos clorogênicos são hidrolisados, enquanto que o restante pode ser isomerizado e apenas uma pequena parte sofre a lactonização. As seis lactonas do ácido mono-hidroxicinamoil-quínico parecem contribuir para o gosto amargo do café torrado (GINZ, 2001; citado em ILLY e VIANI, 2005).

A degradação do ácido cítrico pode produzir os ácidos citracônico, glutárico, itacônico e o succínico, enquanto o ácido málico é precursor dos ácidos fumárico e maleíco (BAHRE, 1997; BAHRE e MAIER, 1999; citado em CLARKE e VITZTHUM, 2001).

Os ácidos voláteis são compostos alifáticos com uma função carboxílica. Muitos desses ácidos têm função importante ao aroma do café, como exemplo do aroma de ranço e doce provocado pelo ácido 2- e/ou 3-metilbutírico. Há presença desses ácidos aumenta com nível de torra, mas em contrapartida com os ácidos graxos saturados esse efeito não ocorre (CLARKE e VITZTHUM, 2001).

A acidez do café é um dos principais atributos avaliados para definir a qualidade do café. Em cafés arábica de alta qualidade o sabor ácido é predominante. Alguns cafés se destacam por sua acidez como o café queniano, por exemplo, que apresenta uma acidez agradável ao paladar (CLARKE e VITZTHUM, 2001).

Durante a torração, os triglicerídeos do grão do café são pouco afetados, sofrendo apenas pequena hidrólise e decomposição, com liberação de ácidos graxos e formação de produtos voláteis. Muitos lipídios são retidos nas estruturas celulares do grão, onde o dióxido de carbono formado a partir da decomposição de carboidratos, os protege contra oxidações. Nas torrações mais escuras, muitas células sofrem rompimento e o óleo pode migrar para a superfície do grão, ficando susceptível às oxidações atmosféricas (FRANÇA et al, 2001). O Ministério da Saúde estipula o teor mínimo de 8% extrato etéreo para o café torrado e moído (BRASIL, 1999).

As proteínas são outros componentes de alto peso molecular do café. Na extração do café, o índice de proteína pode ser correlacionado com o volume de espuma (NUNES et al, 1997). A composição das proteínas do café deveria se alterar com a torrefação dos grãos verdes (UNDERWOOD; DEATHERAGE, 1952 e FELDMAN; RYDER; KUNG, 1969 citados em NUNES; COIMBRA, 2001), entretanto, pouca informação está disponível considerando a estrutura das proteínas presentes no café torrado e a sua variação com o processo de torra.

A cafeína, que não possui cheiro, é um composto que confere amargor a bebida, mas contribui apenas com 10% do amargor perceptível da bebida. Essa característica sensorial é complicada de ser determinada, mesmo por avaliadores treinados, por causa da

adstringência causada simultaneamente por compostos fenólicos (LEE et al., 1992,; apud FLAMENT, 2002).

O teor de cafeína varia entre 1,2 a 1,3% em café arábica e entre 2,2 e 2,4% em robusta, mostrando uma variabilidade entre espécies. Em algumas espécies selvagens a cafeína pode estar apenas em traços ou até mesmo ausente (ILLY & VIANI, 2005).

As perdas de cafeína durante a torra são bem pequenas, e considerando a diminuição do peso do grão de café os teores atingem 10% em base seca. Essa perda é limitada pela elevação do ponto de sublimação da cafeína (com o aumento da pressão no interior do grão) e devido baixa difusão deste composto para a superfície do grão (LEE et al., 1992,; citado em FLAMENT, 2002).

As diferenças de composição entre as duas principais espécies (arábica e robusta) levam a diferenças aromáticas. O aroma do *Coffea canephora* possui maior quantidade de compostos fenólicos (guaiacol, vinilguaiacol), percebidos como um sabor acre de terra, originados dos ácidos clorogênicos (VITZTHUM et al., 1990; citado em ILLY e VIANI, 2005). Outra classe de aromas importante são aqueles provenientes dos glicosídeos. São liberados por reações enzimáticas, durante os tratamentos pós-colheita ou durante a torrefação (WECKERLE et al., 2002; citado em ILLY e VIANI, 2005).

A formação do aroma do café foi relatada por Ho et al., 1993, citado em FLAMENT, 2002. Acredita-se no potencial da desamidação da glutamina e da aspergina, que proporcionam bem mais pirazinas que os outros ácidos presentes no café. O nitrogênio presente no grupo amida irá contribuir para as reações amino-carbônicas. Holscher e Steinhart, 1994, citado em FLAMENT, 2002, consideram que a maioria dos compostos voláteis presentes no aroma são provenientes de reações de Maillard. Muitos estudos foram realizados para compreender os mecanismos das reações de Maillard. Muitas reações baseadas na interação térmica de aminoácidos e açúcares foram estudadas e revisadas, como exemplo temos: reações de D-glucose com fenilalanina (MEVISSSEN e BALTES, 1983; citado em FLAMENT, 2002) e compostos voláteis formados a partir da reação entre a sacarose com as serina e treonina (BALTES e BOCHMANN, 1986; citado em FLAMENT, 2002).

3.1.3 - PRODUÇÃO DO EXTRATO DE CAFÉ

A extração de sólidos solúveis de café torrado pode ser conduzida através de vários processos como: extração etapa única, extração única com perfil de temperaturas controladas, extração em duas etapas, dupla extração. O uso de um dos processos dependerá da qualidade da matéria prima e processo para atender a exigência em qualidade do produto final exigida pelo consumidor. (REVISTA CAFEICULTURA, 2006).

A extração é uma operação chave na produção de extrato de café, que permite que o solúvel e o volátil se combinem para serem recuperados. Para assegurar “um aproveitamento de 100% do café” para o extrato, a água é o único solvente permitido (CLARKE, 1987).

O contato da água com os grãos de café torrado é crucial para a produção da bebida café. (PETRACCO, 2001). A produção de extrato de café para a fabricação de café solúvel é um processo de extração em múltiplos estágios, onde se tem a aplicação de uma bateria de colunas extratoras. Quando aplicadas a temperaturas acima de 180°C e pressões acima de 20 atm, entorno de 40-60% dos sólidos solúveis são extraídos do café torrado pela água sendo injetada na parte superior ou inferior da coluna. Em temperaturas acima de 140°C ocorre hidrólise de polissacarídeos acarretando aumento na sua solubilidade, com isto ocorre aumento na extração total. Estes açúcares são também capazes de reter sabores. (EGGERS R.; JAEGER, P. T.,2003)

Uma série de quatro a oito colunas de extração permite o estabelecimento de gradientes de temperatura ao longo da linha de extração que irá influenciar no produto final devido a diferença de solubilidade das várias substâncias presentes no café torrado. As colunas utilizadas para extração, para a capacidade de uma tonelada de café, têm em torno de 4,5-6,0 m de altura. Normalmente se aplica vácuo nestas colunas para facilitar seu carregamento, pois no topo destas há uma válvula esfera que quando aberta permite que o café quebrado entre nas colunas. O tamanho dos grãos quebrados de café varia de 3 a 5 milímetros, pois neste tamanhos estes favorecem a transferência total de sólidos sem que limite a pressão de entrada. (EGGERS R.; JAEGER, P. T.,2003)

Após a lixiviação suficiente dos grãos de café, a borra de café gasta é descarregada através de uma válvula de esfera na parte inferior da coluna onde por pressão expulsa o conteúdo da coluna. (EGGERS R.; JAEGER, P. T.,2003)

O rendimento de extração é expresso em porcentagem de materiais solúveis em água extraídos do café torrado e moído. O rendimento de extração para café regular é da ordem de 20 a 25%, em uma planta de extração industrial com seu fluxo superior é possível extrair entre 25 a 30% de materiais solúveis a pressão atmosférica e mantendo uma temperatura ao redor de 100C. (REVISTA CAFEICULTURA, 2006)

O extrato de café que deixa a bateria de extração está quente e não deve ser exposto ao ar antes que seja esfriado em um trocador de calor caso contrário as substancias de aroma voláteis podem evaporar, resultando em sérias perdas na qualidade.

A indústria procura utilizar mais o café robusta porque o rendimento de extração é mais alto e apresenta um preço mais baixo em relação ao arábica. Este geralmente possui um rendimento mais baixo no processo de extração, porém eles podem alcançar um preço mais alto por causa de maior aceitabilidade dos consumidores e larga demanda. (REVISTA CAFEICULTURA, 2006).

De acordo com temperatura e pressão, o rendimento de extração pode ser aumentado a mais que 50% dependendo do blend usado (robusta ou arábica), em outras palavras, digamos 50% (por peso) do café torrado e moído pode ser extraído com água e constitui o chamado extrato de café. Contudo quanto mais alto o rendimento menor a qualidade e especialmente o aroma. As substancias extraídas a rendimentos altos (hidrolises) são glicosídeos neutros que têm pouco sabor e então diluirá as substancias de aroma no extrato. A chave para determinar o grau de extração é então um equilíbrio de economia contra qualidade. (REVISTA CAFEICULTURA, 2006).

3.2 – ANTIOXIDANTES E ANTIMICROBIANOS OU CONSERVANTES

A demanda crescente para alimentos de conveniência e o shelf life razoavelmente longo exigido pelas cadeias de distribuição, tornam imperativo o uso de conservantes em alimentos processados. Alguns deles, tais como os sulfatos, nitratos e outros sais, já estão sendo usados há séculos em carnes processadas e vinhos. A escolha de um agente de conservação deve ser baseada no conhecimento do seu espectro antimicrobiano, as propriedades químicas e físicas tanto do alimento quanto do conservante, as condições de manuseio, processo e estocagem e, a segurança de uma alta qualidade inicial do alimento a ser conservado. (REVISTA ADITIVOS E INGREDIENTES, 1999)

Apesar das medidas higiênicas e normas sanitárias habitualmente aplicadas na produção de alimentos, perdem-se anualmente, no mundo todo, toneladas e toneladas de alimentos de boa qualidade, devido ao ataque de mofo, bolores, leveduras e bactérias. Os alimentos deteriorados prejudicam a imagem de marca de seus fabricantes e também, muitas espécies de microorganismos produzem toxinas potencialmente nefastas para a saúde dos consumidores. Estas perdas e riscos podem ser evitados, em grande parte, aplicando-se os métodos de conservação adequados. Em certos casos podem-se utilizar processos físicos envolvendo o frio, o calor, a desidratação, ou outros. Esses procedimentos não podem ser aplicados em todas as situações nem em todos os tipos de alimentos, porque podem alterar as propriedades gustativas do produto e, muitas vezes, são extremamente onerosos. Torna-se então necessário o uso de um conservante. (REVISTA ADITIVOS E INGREDIENTES, 1999)

O controle do crescimento de microorganismos em alimentos por conservantes químicos está relacionado com o pH do meio. A forma não - dissociada da molécula é que confere a característica antimicrobiana dos conservantes. Os valores de pK_a (pH no qual 50% da molécula se encontram na forma dissociada) da maioria dos conservantes encontram-se na faixa de pH entre 3,0 e 5,0, portanto a concentração da forma não-dissociada aumenta com o aumento da acidez, garantindo uma maior eficiência no controle dos microorganismos. Na faixa de pH alto, particularmente entre 5,5 - 6,0, os ácidos

inorgânicos são relativamente ineficientes, a exceção dos parabéns, que permanecem na forma não dissociada, sendo efetivos inibidores. (ARAUJO, J. M., 2004).

Reações oxidativas podem ou não envolver a presença de átomos de oxigênio ou a remoção de átomos de Hidrogênio das substâncias. O efeito do antioxidante consiste na inativação dos radicais livres, na complexação de íons metálicos ou na redução dos hidroperóxidos para produtos incapazes de formar radicais livres e produtos de decomposição rançosos. As reações de oxidação-redução são comuns em sistemas biológicos, e também são comuns em alimentos. Embora algumas reações de oxidação são benéficas em alimentos, outras podem ser ruins, havendo degradação dos componentes incluindo vitaminas, lipídios, pigmentos, com diminuição do valor nutricional e aparecimento de sabores e odores ruins. Para controle do processo de oxidação normalmente são utilizadas processos ou embalagens que excluam ou diminuam a presença do oxigênio ou envolvam a adição de substâncias químicas antioxidantes. (FENNEMA,1996).

Os antioxidantes podem ter diferentes graus de eficiência e sistemas na proteção de alimentos,e combinações destes podem produzir melhor eficiência do que o efeito de um utilizado isoladamente (FENNEMA,1996). A complexidade do processamento do alimento, associada à necessidade de aumentar o período de armazenamento, torna o produto vulnerável à deterioração oxidativa. Portanto, a utilização de substâncias químicas capazes de oferecer proteção contra a oxidação é necessária. (ARAUJO, J. M., 2004).

A diferença da atividade antioxidante está relacionada com sua estrutura química, que influencia as propriedades físicas como volatilidade, solubilidade e estabilidade térmica. Além da relação estrutura-função, existem diversos fatores, como a natureza do lipídio, o estado físico do alimento, as condições de armazenamento e a atividade de água, que ditam a eficiência dos vários tipos de antioxidantes.(ARAUJO, J. M., 2004).

3.2.1 – TIPOS DE MICROBIANOS E ANTIOXIDANTES

Entre os antimicrobianos e antioxidantes, os mais utilizados em bebidas, devido as suas características são:

- O ácido benzóico e seus sais;
- Os parabenos;
- Os sulfitos;
- Os ascorbatos.

3.2.1.1 - ÁCIDO BENZÓICO

O ácido benzóico ocorre na natureza, na forma glicosídica em diversas frutas e vegetais. O ácido benzóico não é pouco solúvel em água (0,27% a 18°C). A maioria das leveduras e mofos podem ser controlados com 0,05-0,1% de ácido não dissociado. Os sais de cálcio, potássio e sódio são utilizados nos alimentos ácidos (FENNEMA,1996). O benzoato de sódio é um pó cristalino estável, de sabor suave e adstringente, com solubilidade em água fria de 66g/100ml a 20°C (alta solubilidade) sendo que não interfere na coloração dos alimentos. Os benzoatos são eficazes na faixa de pH 2,5-4,0 e perdem boa parte de sua eficiência em pH>4,5. Sendo assim é muito eficiente no controle de fungos e leveduras e pouco com relação a bactérias. Trata-se de um agente antimicrobiano muito efetivo nos alimentos altamente ácidos, frutas, cidras, bebidas carbonatadas e pickles. Também são usados em margarinas, molhos para salada, molho de soja e geléias. .(ARAUJO, J. M., 2004).

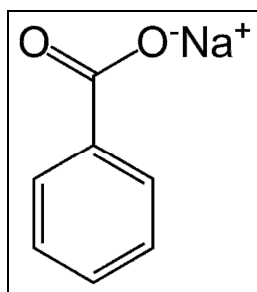


Figura 1– Fórmula molecular do Benzoato de sódio

3.2.1.2 - PARABENOS

Os parabenos são ésteres de alquil de ácido para-hidrobencóico. Os parabenos são inodoros, incolores e insípidos. Mostram-se ativos em ampla faixa de pH. Eles não são voláteis nem higroscópicos. A solubilidade em água diminui com o aumento da cadeia lateral alquila. Eles diferem do ácido benzóico pelo fato de terem uma atividade antimicrobiana tanto em meio ácido quanto alcalino. A atividade microbiana é proporcional ao comprimento da cadeia do grupo alquil característica esta indesejável do ponto de vista de solubilidade em água. Por esta razão, os ésteres de ácido p-hidroxibenzóico de PM menor são os mais utilizados. Já a ligação éster é estável a hidrólise em temperatura de esterilização, característica desejável. Os parabenos são mais ativos contra mofos e leveduras do que contra bactérias, e mais ativos contra as bactérias gram-positivos do que contra as gram-negativos. (ARAUJO, J. M., 2004). Eles são muito usados em bolos de frutas, recheios de frutas e doces de confeitaria em geral. Parabenos de metila e propila são usados em refrigerante.

3.2.1.3 – ASCORBATO

O ácido ascórbico é utilizado como antioxidante em diversos produtos, como frutas e vegetais processados, carne, peixes, derivados do leite, bebidas, etc. O ácido ascórbico, como antioxidante em alimento funciona de diversas maneiras: na remoção do oxigênio, prevenindo portanto, a oxidação de constituintes sensíveis do alimento e na regeneração de antioxidantes, além de atuar sinergisticamente com os agentes complexantes e, ou, na redução de produtos indesejáveis da oxidação.

Os Ascorbatos são sais do ácido ascórbico, são muito reativos e por isto usado na conservação dos alimentos. São virtualmente insolúveis em óleos e gorduras, não sendo, conseqüentemente, utilizados como antioxidantes nesse meio. Por serem solúveis em água, eles são utilizados como antioxidantes em produtos como cerveja, refrigerantes e sucos. (ARAUJO, J. M., 2004).

3.2.1.4 - SULFITO

Dióxido de Enxofre (SO_2) e seus derivados há muito tempo tem sido usados em alimentos em geral para sua preservação. Eles são utilizados para a inibição de enzimas que causam o escurecimento enzimático, para enzimas catalisadoras de reações, para inibição e controle microbiano, e como agente antioxidante e redutor.

É comumente usado em diversas formas em alimentos incluindo o dióxido de enxofre na forma de gás, como também na forma de sais de sulfito (SO_3^{2-}) de sódio, potássio ou cálcio, bissulfito (HSO_3^-) ou metabissulfito ($\text{S}_2\text{O}_5^{2-}$). A forma de sulfito mais utilizada é o metabissulfito de sódio ou potássio, pois possuem maior estabilidade e ação antioxidante na sua fase sólida.

O SO_2 também funciona como um antioxidante em uma variedade de produtos alimentícios, mas normalmente ele não é usado com esta função. Quando o SO_2 é

adicionado em cerveja, ele inibe significativamente o aparecimento de odores e sabores originados da oxidação durante o tempo de estocagem. (FENNEMA, 1996).

A quantidade de SO₂ que pode ser adicionada aos alimentos é limitada porque a níveis entre 200 e 500 mg/kg, o produto pode gerar um cheiro desagradável. O ADI é de 0,7 mg/kg de peso corpóreo. (ARAUJO, J. M., 2004).

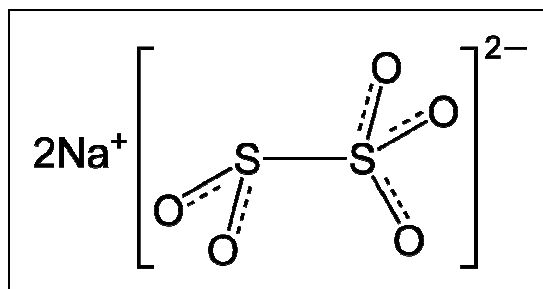


Figura 2– Fórmula molecular do metabissulfito de sódio

3.3- EDULCORANTES

A cada dia vem aumentando a procura por alimentos de baixa caloria. Os adoçantes não calóricos na forma de pó, líquido ou tabletes, têm sido usados com a finalidade de substituir total ou parcialmente a sacarose (CARDELLO e DAMASIO, 1997).

Os indivíduos estão em busca de alternativas para a substituição da sacarose por causa de alguns fatores: controle de peso, obesidade e doenças como a diabetes. A estimativa da World Health Organisation (WHO) é que existam 1,3 bilhões de pessoas acima do peso em todo mundo (SLOAN, 2005). Outro fator é a diabetes que vêm se tornando um problema de saúde em todo o mundo, estimase que 2,8% da população mundial seja portadora da doença (WILD *et al.*, 2004).

Os edulcorantes são substâncias com poder adoçante muito intenso, utilizados na substituição total ou parcial da sacarose, que ao serem ingeridos não fornecem nenhuma caloria por não serem metabolizados, ou que em função do poder adoçante são utilizadas em quantidades tão pequenas que o aporte calórico torna-se insignificante, como o aspartame. O poder adoçante dos edulcorantes pode variar de acordo com a natureza

química e a concentração do composto, podem possuir outras características sensoriais como sabores associados com o gosto doce e, ainda, gosto residual de diferentes naturezas (CARDELLO e DAMASIO, 1997).

A sacarina, o ciclamato, o aspartame, a sucralose e o extrato de folhas de Stevia, todos edulcorantes permitidos pela Legislação Brasileira (BRASIL, 1995) para utilização em alimentos e bebidas dietéticas com suas quantidades de ingestão diária aceitável definidas, possuem características sensoriais que podem diferir em função do produto em que se encontram e da temperatura de consumo.

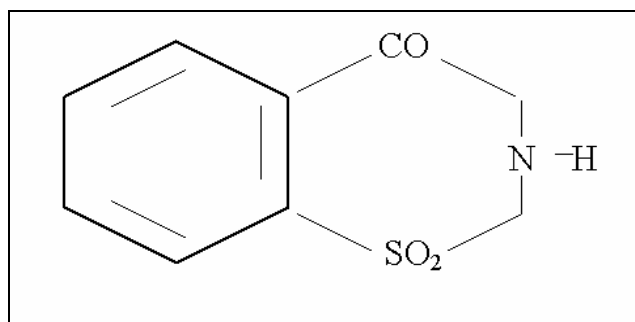
Para que estes edulcorantes sejam aplicados com êxito é necessário que, além de sua segurança absoluta, eles apresentem características sensoriais agradáveis, com doçura semelhante à da sacarose. A única forma de se avaliar a aceitação de um edulcorante é pela análise sensorial.

3.3.1. SACARINA

Foi o primeiro edulcorante a ser sintetizado e é aproximadamente 300 vezes mais doce que a sacarose, possui gosto residual amargo, em solução aquosa (CROSBY, 1976) e pode ser utilizada em mistura com outros adoçantes.

A versatilidade da sacarina permite seu emprego em muitos alimentos, medicamentos e antissépticos em função da sua alta estabilidade ao armazenamento e aquecimento, por se combinar bem com outros edulcorantes e também por se incorporar bem às misturas líquidas ou secas (NABORS; GELARDI, 1986). Quimicamente corresponde a 2,3 dihidro, 3 oxobenzeno iso sulfanazol.

A Figura 3 apresenta a estrutura química da sacarina.



(Imida do ácido sulfobenzóico)

Figura 3- Estrutura química da sacarina (CÂNDIDO e CAMPOS, 1996)

3.3.2 – CICLAMATO

Foi descoberto em 1937, é denominado ácido ciclohexil sulfâmico, podendo existir sobre quatro formas químicas: ácido ciclâmico, ciclamato de cálcio, de sódio e potássio. É um produto sintético obtido da sulfonação da ciclohexilamina (CAETANO, 1990). A Figura 4 apresenta a estrutura química do ciclamato. Apresenta excelente estabilidade a variação de temperatura e pH, luz, oxigênio e outros compostos químicos.

O ciclamato possui em sabor levemente doce, mas persistente por um longo tempo. Sendo 30 a 50 vezes mais doce que a sacarose. Seu uso mais freqüente é em combinação com sacarina, sendo que esta mistura pode variar consideravelmente de produto para produto, sendo a mistura 10:1 usada mais freqüentemente. O ciclamato também pode ser utilizado junto com outros edulcorantes como acessulfame e aspartame.

Pode ser utilizado como adoçante de mesa, refrigerantes, refrescos em pó artificiais, sucos concentrados, iogurtes, sorvetes, chocolates, gomas de mascar, compotas, pães, tortas e bolos (CAETANO, 1990).

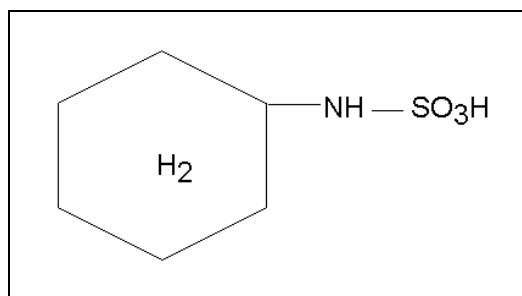


Figura 4 - (Ácido ciclohexansulfâmico)

Seu uso é aprovado em mais de 50 países principalmente na Ásia, mas é limitado na Europa e proibido nos Estados Unidos (KEMP, 2006).

3.3.3 – ACESSULFAME K

Acidentalmente descoberto em 1967, como um composto de sabor doce, é um pó branco cristalino, sua estrutura química está representada na figura 5. O tempo de conservação do Acessulfame-K em pó é praticamente ilimitado independente da temperatura. O limite de decomposição é dependente da temperatura de aquecimento, sendo esta bem superior a utilizada para aditivos alimentares.

O Acessulfame K é considerado 100 a 130 vezes mais doce que a sacarose. Em alimentos ácidos e bebidas a mesma concentração, pode ser percebida uma doçura ligeiramente maior em comparação a uma bebida ou alimento menos ácido. No entanto em soluções com alta concentração de acessulfame pode ser detectado um sabor residual amargo.

A toxicidade oral do acessulfame é baixa sendo praticamente considerada não tóxico. O LD₅₀ oral determinado foi de 6,9-8 g/kg de peso corporal. Os estudos de toxicidade demonstraram que é um produto seguro para ser usado como edulcorante. Isto foi confirmada por Comitê de peritos da FAO/WHO, confirmando que o acessulfame não é mutagênico ou carcinogênico. (NABORS; GELARDI, 1991).

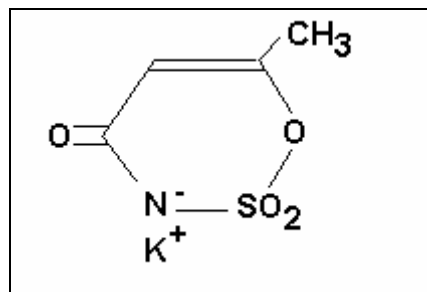


Figura 5 - (Sal potássico da sulfonamida cíclica 6-metil 1,2,3-oxatiazima-4(3H)-ona-2,2-dióxido)

O potencial do uso do Acessulfame-K é ilimitado, podendo ser utilizado como adoçante de mesa, em bebidas semi-doces, e em bebidas carbonatadas em mistura com outros edulcorantes, para conferir estabilidade e qualidade de doçura. Devido a sua estabilidade à pasteurização o acessulfame-K é indicado para produtos lácteos e em enlatados (KEMP, 2006).

4 - MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 - PRODUÇÃO DO EXTRATO DE CAFÉ

Para a produção do extrato líquido de café foram estudados os seguintes parâmetros:

4.1.1- ESCOLHA DO CAFÉ E DA TORRA A SER UTILIZADA

O café escolhido a ser utilizado no projeto foi o *Coffea arábica*, pois este é o café que apresenta maior teor de compostos aromáticos, produzindo assim uma bebida de melhor qualidade, apesar de se obter um menor rendimento de extração em relação ao café da espécie *Coffea canephora*, que no entanto não possui uma quantidade tão grande de compostos aromáticos.

A grande maioria dos compostos responsáveis pelo sabor e aroma são formados durante a torra, por isto esta tem grande influência na qualidade, como também no rendimento do extrato de café produzido. A torra fraca é insuficiente para o desenvolvimento completo dos aromas do café e a torra muito forte acaba por queimar e degradar estes compostos.

Para a determinação da melhor torra a ser utilizada foram realizadas várias torras em tempos diferentes (5, 7, 9, 11, 13, 15, 17 e 19 minutos), mantendo-se a temperatura constante de 200°C. Estes café após a torra foram deixados a temperatura ambiente em recipiente aberto por um tempo superior a 12 horas para a sua equalização. Após este tempo as amostras foram moídas em moinho cônico e sua granulometria foi determinada através do equipamento Produtest, com reostato em 8 por 20 minutos. Sua granulometria não era homogênea, possuindo a seguinte composição: 21,6% -16 Mesh, 60% - 28 Mesh, 11,3%- 32 Mesh, 5,15% - 48 Mesh e os 1,95% restante possuía granulometria menor que 48 Mesh.

Uma amostra de 5 gramas de pó de cada torragem foi utilizada pra a determinação do teor de sólidos solúveis totais. A análise foi realizada em triplicata. Os pós colocados em papel filtro foram lavados com um volume de 600 mL de água aquecida a 96°C até praticamente total exaustão dos sólidos solúveis presentes, sendo esses em seguida secos em estufa a 105°C por 5 horas, e depois pesados, para calculo do rendimento de extração.

4.1.2 – MOAGEM DO CAFÉ UTILIZADO NAS COLUNAS DE EXTRAÇÃO

Os grãos de café torrados foram moído em moinho cônico para um volume de 3 kg de café torrado. A moagem não foi homogênea, pois 50% dos grão apresentaram granulometria de 3,5 Mesh, 20% apresentou granulometria de 7 Mesh e cerca de 27% saíram inteiros. Os 3% restante foram retirado do montante em peneira de 16 Mesh, sendo considerados como finos, pois poderiam causar entupimento no equipamento de extração.

4.1.3 - DETERMINAÇÃO DA CONCENTRAÇÃO FINAL DE SÓLIDOS SOLÚVEIS DA BEBIDA CAFÉ.

Para a bebida café a ser servida aos consumidores e também ao final de seu preparo a partir da formulação, foi estipulada a concentração de 2,5% de sólidos solúveis presentes no café, após a diluição da formulação do extrato de café.

Os 2,5% de sólidos solúveis do café, de acordo com a tabela específica para conversão de valores de Brix/ sólido solúveis de café, correspondem a 3° Brix.

Este valor foi baseado no café filtrado normalmente produzido para consumo, de acordo com revisões bibliográficas realizadas anteriormente.

4.1.4 - EXTRAÇÃO NO EQUIPAMENTO – PRODUÇÃO DA MATÉRIA PRIMA

Foi construído e utilizado um equipamento contendo sete colunas de extração para a produção do extrato de café em menor escala e de modo a se obter um extrato diferenciado do extrato comercial. As colunas possuem 1,2 m de altura por 10cm de diâmetro, sendo possível colocar uma massa total de 2,5 kg de café em cada coluna. A batelada de colunas pode ser visto na Figura 6 abaixo.



Figura 6 – Bateria de extração

Para aquecimento da água a ser utilizada para a extração se fez uso de um banho Maria contendo água a 98 °C, com uma serpentina imersa. A água de extração foi aquecida por meio de troca de calor na serpentina até 98 °C sendo então bombeada para a bateria de extração entrando na coluna através da base desta, de modo a entrar em contato com o café ocorrendo a extração. A vazão da água foi de 333 mL/min ou 20 L/h.

O extrato foi coletado a partir da quinta coluna, com D.O.R. de 1,2, sendo um processo contínuo, foi em seguida coletado o extrato proveniente da sexta coluna, sendo o processo iniciado na segunda coluna, depois o extrato proveniente da sétima coluna, iniciando na terceira coluna.

O valor de Brix obtido no produto durante o processo de extração foi diminuindo ao longo da extração, o que pode ser observado no Gráfico 1.

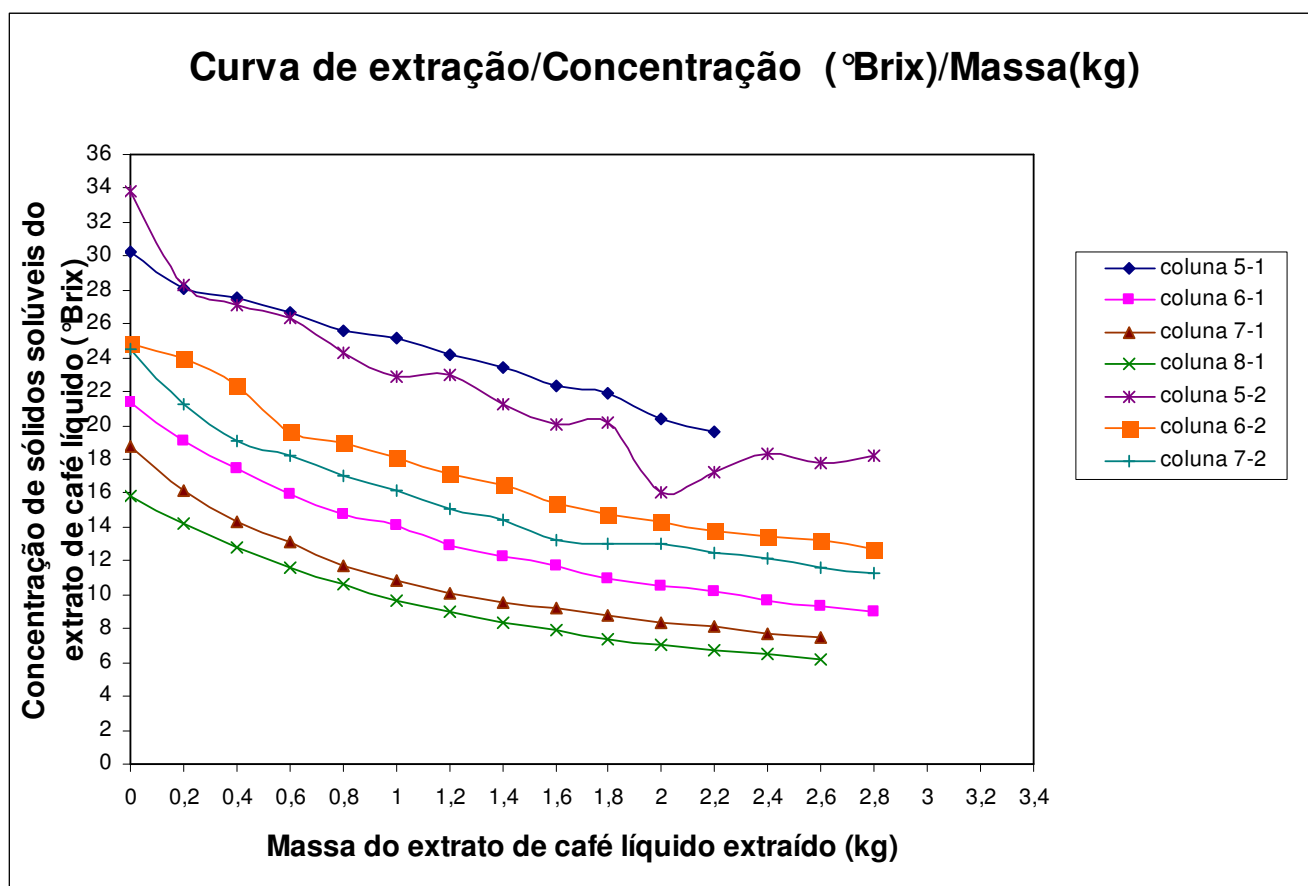


Gráfico 1– Curvas de extração obtidas do processo de extração em colunas em série no equipamento utilizado.

O extrato final obtido pela junção da extração de 4 colunas até o DOR de 1,2, foi de 17 °Brix, possuindo um total de 14 % de sólidos solúveis.

4.2 - FORMULAÇÃO

Nos estudos preliminares realizados para a determinação da formulação a ser utilizada nos diferentes produtos, foi utilizado o extrato de café líquido concentrado fornecido pela empresa Companhia Cacique de Café Solúvel.

O produto produzido pela empresa, é feito utilizando temperaturas elevadas para a produção do extrato de café e concentrado em evaporadores até a obtenção de 35°Brix, o qual foi diluído para um valor de 17°Brix para realização dos testes da formulação.

Para que a formulação se mantivesse estável ao longo do tempo de vida de prateleira, foram utilizados antioxidantes (Ascorbato de sódio e Meta-bissulfito de sódio) e conservantes (Benzoato de sódio e Metil parabeno), sendo estes escolhidos pois são permitidos pela legislação brasileira quando utilizados dentro de certos limites e por se adaptarem melhor ao produto café, não alterando seu sabor ou odor.

4.2.1- ANTIOXIDANTES E CONSERVANTES UTILIZADOS – LEGISLAÇÃO

4.2.1.1 – CONSERVANTES

O aditivo metilparabeno - INS 218 (para-hidroxibenzoato de metila), utilizado para controle microbiano em bebidas foi utilizado de acordo com a legislação (RESOLUÇÃO-RCD N.º, DE 2000, Portaria nº 1007, de 15 de dezembro de 1998 da Secretaria de Vigilância Sanitária do Ministério da Saúde) no qual foi estabelecido o limite de 0,007g/100g ou 100 mL de bebida. Para ser utilizado na função de conservador.

O conservador Benzoato de sódio – INS 211, foi utilizado de acordo com a legislação (Resolução - RDC nº 23, de 15 de fevereiro de 2005, art. 11 inciso IV do Regulamento da

ANVISA aprovado pelo Decreto 3.029, de 16 de abril de 1999, c/c do Art. 111, inciso I, alínea “b” § 1º do Regimento Interno aprovado pela Portaria nº 593, de 25 de agosto de 2000, republicada no DOU de 22 de dezembro de 2000, em reunião realizada em 10 de fevereiro de 2005), no qual se utiliza o limite máximo de 0,1g/100g de produto alimentício.

4.2.1.2 - ANTIOXIDANTE

O Ascorbato de sódio – INS 301, foi utilizado como antioxidante no produto de acordo com a legislação (Portaria nº 35, de 13 de janeiro de 1998, SVS/MS - Ministério da Saúde. Secretaria de Vigilância Sanitária), no qual o limite máximo de aplicação é de 0,05g/100g do produto ou 100mL.

O Metabissulfito de sódio – INS 223, foi utilizado como antioxidante no produto de acordo com a legislação (Regulamento da ANVISA aprovado pelo Decreto nº 3.029, de 16 de abril de 1999, c/c o art. 111, inciso I, alínea “e” do Regimento Interno aprovado pela Portaria nº 593, de 25 de agosto de 2000, publicada em 28 de agosto de 2000 e republicada em 22 de dezembro de 2000, em reunião realizada em 22 de maio de 2006), no qual o limite máximo de aplicação em produtos alimentícios é de 0,003 (como SO₂) g/100g ou 100 mL do produto.

4.2.2- TESTES PRELIMINARES REALIZADOS PARA SELEÇÃO DOS CONSERVANTES E ANTIOXIDANTES

Foram utilizados diferentes concentrações dos conservantes acima citados, sendo o limite máximo o imposto pela legislação, e o limite inferior uma quantidade dez vezes menor do que o limite superior para o benzoato de sódio e uma quantidade 5 vezes menor para o

metil parabeno. Estes foram misturados a 100g de extrato comercial fornecido pela empresa Cacique, com e sem adição de açúcar, sendo este envasado em vidros de 200g e deixados a temperatura ambiente e sob refrigeração por um período de 60 dias, sendo estas as temperaturas mais propícias para o crescimento dos microrganismos alvo. Estes vidros ficaram sob observação avaliando o aparecimento de crescimento fúngico, ou algum tipo de fermentação, sendo inicialmente observados em um intervalo de 5 dias, por 20 dias, depois em períodos de 10 dias até completar o período. As concentrações usadas para o teste foram: Metil parabeno (28 mg, 20 mg, 15 mg e 10 mg), Benzoato de sódio (100 mg, 75 mg, 50 mg e 10 mg).

A quantidade de antioxidante a ser utilizada também obedecendo aos limites da legislação, sendo este adotado como limite superior a ser utilizado, uma concentração intermediária sendo duas vezes menor que o limite superior e o limite inferior uma concentração cinco vezes menor. Os antioxidantes foram adicionados ao extrato comercial, com e sem adição de açúcar, sendo este envasado em pequenos potes plástico de 60 mL de volume, devidamente fechados e acondicionado em três diferentes temperaturas: ambiente ($25 \pm 3^{\circ}\text{C}$), refrigeração ($10 \pm 2^{\circ}\text{C}$) e congelamento (-18°C), por um período de 60 dias. A seleção da quantidade de antioxidante utilizada foi baseada no sabor inicial e final da bebida, quando estes eram adicionados a ela e também seu sabor ao longo do período de observação, sendo este monitorado em intervalos de 15 dias.

4.2.3 – CONCENTRAÇÃO DOS ANTIMICROBIANOS E ANTIOXIDANTES UTILIZADOS.

Nas concentrações utilizadas de antimicrobianos houve aparecimento de bolhas, que possivelmente indicavam fermentação nas formulações com e sem açúcar na menor concentração dos antimicrobianos Metil parabeno e Benzoato de sódio, após 30 dias. Optou-se por trabalhar na concentração máxima limite de cada antimicrobiano de acordo com a legislação.

Para os antioxidantes foi escolhido para o Ascorbato de sódio a concentração intermediária de 25mg/100g do produto, pois foi a concentração que teve menor interferência no sabor do café, e para o Meta-bissulfito a concentração de 25mg/100g do produto, pois como o uso é para um produto a ser diluído, a quantidade de SO₂ final livre se mantém dentro da legislação.

4.2.4 - DETERMINAÇÃO DO TEOR DE AÇÚCAR A SER UTILIZADO NA FORMULAÇÃO.

Para a determinação do teor de açúcar a ser utilizado foi realizado inicialmente um teste sensorial de ordenação preferênciã. Foram servidas as 3 amostras simultaneamente, em copos plásticos de 50 ml cada, ao provador em cabine sensorial, onde ele deveria provar a amostra e ordená-la em ordem crescente de sua preferênciã, da que menos gostou para a que mais gostou, para assim, avaliar se existia diferença sensorial entre os seguintes teores de açúcar a ser adicionado na bebida: 4, 6 e 8%, seguindo como base um delineamento experimental. Durante o teste sensorial participaram 30 provadores não treinados.

As amostras foram classificadas por notas, sendo o valor 1 para a amostra de menor preferênciã, o valor 2 para a amostra intermediária e o valor 3 para a amostra de maior preferênciã. A amostra que obteve maior preferênciã foi a de 8%, em seguida a de 6% e por último a de 4%, sendo que não foi observada diferença significativa ao nível de 5% de probabilidade, entre as amostras de 8 e 6% de açúcar.

Pelo resultado obtido, não sendo conclusivo, optou-se por aumentar a diferença entre os teores de açúcar das amostras e aplicar um novo teste sensorial de ordenação preferênciã, onde se utilizou os teores de 4, 7 e 10% de açúcar. O novo teste foi realizado em nível laboratorial, com pessoas consumidoras de café, sendo um total de 60 provadores. Deste modo se avaliou qual seria o teor de açúcar de maior preferênciã pelos provadores.

O resultado obtido no segundo teste sensorial, de acordo com a Tabela 2, onde o número crítico foi 26 de acordo com a Tabela de Friedman a 5% de significância. Não houve

diferença significativa ($p < 0,05$) entre os teores de 7 e 10% de açúcar, sendo o menos preferido o teor de 4%, por apresentar o menor valor no somatório das notas obtidas pelos provadores.

Tabela 2 - Resultado obtido do Teste sensorial de ordenação preferência para 10%, 7% e 4% de açúcar.

	Teor de açúcar nas amostras		
	10%	7%	4%
Somatório das notas obtidas	146	138	76
Diferença entre as notas obtidas das amostras	10%	-	8
	7%	-	62
	4%	-	-

Foi escolhido, para a produção da formulação o teor de 7 %, pois é um teor no qual se obteve boa aceitação e com isto também se pode optar futuramente, para a redução de custo do produto, o teor de 10%.

4.2.5- DETERMINAÇÃO DO EDULCORANTE A SER UTILIZADO NA FORMULAÇÃO.

Para a escolha do edulcorante inicialmente foi realizada uma revisão bibliográfica, usando como base o trabalho desenvolvido por MORAES-2008, onde foram utilizados os edulcorantes: Acessulfame K, Sacarina e Ciclamato. Foi feita esta opção pela estabilidade destes no armazenamento, pelo custo e pelo seu uso comum em cafés e em produtos preparados a base deste.

As concentrações de edulcorantes utilizadas seguiram os modelos utilizados na tese de MORAES-2008, onde o Ciclamato foi considerado 30-50 vezes mais doce do que a sacarose. O Acessulfame K, foi considerado 200 vezes mais doce que a sacarose e a Sacarina foi considerada 300 vezes mais doce, mas com gosto residual amargo.

Foi realizado um teste sensorial de ordenação preferência com os edulcorantes citados anteriormente adicionados a bebida café, os provadores ordenaram as amostras do menos preferido para o mais preferido, sendo ao todo 60 provadores não treinados. As amostras foram classificadas por notas, sendo o valor 1 para a amostra de menor preferência, o valor 2 para a amostra intermediária e o valor 3 para a amostra de maior preferência.

O edulcorante que apresentou maior preferência foi o Ciclamato, obtendo assim maior somatório nas notas, mas, no entanto não apresentou diferença significativa ao nível de 5% do edulcorante Acessulfame K. A Sacarina foi a menos preferida, apresentando assim menor somatório nas notas obtidas.

Foi realizado um segundo teste sensorial de ordenação com 60 provadores não treinados, onde se estudou a mistura entre os edulcorantes. Foram utilizadas as misturas: Ciclamato: Sacarina (5:1); Ciclamato: Acessulfame K (5:1); e Ciclamato: Sacarina (9:1). Os resultados obtidos se encontram na Tabela 3.

Tabela 3 - Resultado obtido do Teste sensorial de ordenação preferência para a mistura de edulcorantes utilizada.

		Mistura de Edulcorantes utilizada		
		Ciclamato: Sacarina (5:1)	Ciclamato: Sacarina (9:1)	Ciclamato: Acessulfame (5:1)
Somatório das notas obtidas		137	131	87
Diferença entre as notas obtidas das amostras	Ciclamato: Sacarina (5:1)	-	6	50
	Ciclamato: Sacarina (9:1)	-	-	44
	Ciclamato: Acessulfame (5:1)	-	-	-

Como resultado pelo somatório das notas obtidas, que pode ser visto na Tabela 03, a mistura de edulcorante que obteve uma maior preferência foi o Ciclamato: Sacarina (5:1), por apresentar um maior valor nos somatório das notas obtidas, mas, no entanto, não

apresentou diferença significativa ao nível de 5% de significância da mistura de Ciclamato: Sacarina (9:1), pois o número crítico foi 26 de acordo com a Tabela de Friedman a 5% de significância. A mistura Ciclamato: Acessulfame K (5:1) foi a de menor aceitação pois apresentou o menor valor no somatório das notas obtidas pelos provadores. Optou-se por utilizar o Ciclamato: Sacarina (5:1) na formulação do produto.

4.3 - EMBALAGEM

Foi utilizada uma embalagem em formato de sachê fornecida pela empresa Diadema Embalagens S. A.. Sendo esta uma embalagem de alta barreira, com proteção contra a entrada de gases atmosféricos como o Oxigênio e contra a Luz, possuindo um filme laminado com a seguinte composição: Poliéster-18g/m², adesivos-4g/m², alumínio-18g/m² e polietileno-50g/m². Sendo possível sua selagem à vácuo, possibilitando o aumento da vida de prateleira do produto.

4.4 - PREPARO DAS FORMULAÇÕES A BASE DE EXTRATO DE CAFÉ LÍQUIDO

O preparo das formulações seguiu a ordem abaixo.

4.4.1 - FORMULAÇÃO COM AÇÚCAR

Para preparo desta formulação inicialmente foram adicionados assepticamente em uma pequena proporção do extrato de café concentrado produzido nas colunas de extração, os antioxidantes e antimicrobianos, nas proporções já descritas anteriormente, sendo este misturado manualmente até sua completa dissolução. Em seguida foi incorporado o açúcar

refinado da marca União, na proporção de 35% da formulação final, que correspondem a 7% de açúcar na bebida pronta, e acrescentado o restante do extrato concentrado de café. Foram preparadas bateladas de 4 kg do produto. O produto foi envasado na embalagem utilizada, no peso de 100g cada, sendo lacrados em seladora à vácuo.

4.4.2- FORMULAÇÃO COM EDULCORANTE

Para preparo desta formulação inicialmente foram adicionados assepticamente em uma pequena proporção do extrato de café concentrado produzido nas colunas de extração, os antioxidantes e antimicrobianos, nas proporções já descritas anteriormente, sendo este misturado manualmente até sua completa dissolução. Em seguida foram incorporados os edulcorantes Ciclamato e Sacarina na proporção de 5:1, na quantidade equivalente a 7% do açúcar presente na bebida pronta, e o restante do extrato concentrado de café. O produto foi envasado na embalagem utilizada, no peso de 100g cada, sendo lacrados em seladora à vácuo.

4.4.3 - FORMULAÇÃO NATURAL

Para preparo desta formulação inicialmente foram adicionados assepticamente em uma pequena proporção do extrato de café concentrado, os antioxidantes e antimicrobianos, nas proporções já descritas anteriormente, sendo este misturado manualmente até sua completa dissolução, em seguida foi adicionado o restante do extrato concentrado de café. O produto foi envasado na embalagem utilizada, no peso aproximado de 100g cada, sendo lacrados em seladora à vácuo.

4.5 - TEMPO DE ARMAZENAMENTO

Para estudo do comportamento e durabilidade, o produto foi envasado em embalagem tipo sache e armazenado sob três diferentes temperaturas: -18°C , $10 \pm 2^{\circ}\text{C}$ e $25 \pm 3^{\circ}\text{C}$ por um período de 30 dias.

Nestas amostras foram realizadas análises físico-químicas e sensoriais durante o período de 30 dias, em intervalo de 10 dias. No tempo zero - 1º dia, 10 dias, 20 dias e 30 dias.

As análises microbiológicas e cromatográficas foram realizadas em intervalos de 15 dias, sendo as microbiológicas no tempo zero (1 dia), 15 dias e 30 dias e as cromatográficas no tempo zero (1 dia), 15 dias, 30 dias e 45 dias.

4.5.1 - DETERMINAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS

Foram realizadas as seguintes determinações no produto em 10 dias após sua fabricação nas diferentes temperaturas de armazenamento:

- Teor de proteínas: foi utilizado o método de Kjeldahl para determinação de nitrogênio total, descrito por (Joslyn, 1970);

O restante das determinações físico-químicas foram realizadas no produto no decorrer de 30 dias, sendo realizadas em intervalos de 10 dias. Sendo estas as seguintes:

- Teor de água ou Umidade: foi obtido pela diferença $100 - \text{ST}$ (sólidos totais ou resíduos secos); o resíduo seco foi determinado segundo metodologia da A.O.A. C (n.37.1.12, 1997), em estufa à temperatura de $105^{\circ}\text{C}/ 5$ horas.

- Teor de cinzas: foi utilizada a metodologia de A.O.A.C. (n.37.1.18, 1997);
- Sólidos solúveis medido através de refratômetro digital, em °Brix a 20°C.
- pH; (A.O.A. C, 1997)
- Acidez titulável; (A.O.A. C, 1997)
- Atividade de água (aw) através do aparelho Aqualab a 20±0,3°C.
- Teor de açúcares redutores (AR): foi utilizado o método de Lane-Eynon descrito por (Joslyn, 1970);
- Teor de sacarose: foi determinado pela diferença entre ART (açúcares redutores totais) e AR; ART foi determinado também pelo de Método de Lane-Eynon descrito por (Joslyn, 1970);

4.5.1.1 – DETERMINAÇÃO DA VISCOSIDADE

A viscosidade foi determinada no decorrer de 30 dias do produto armazenado nas três diferentes temperaturas, segundo metodologia descrita por AK ROY, S JOSHI (1997) em Viscosímetro Brookfield Model DV-III Programmable Rheometer, sendo esta realizada nas temperaturas de 4 e 25°C. Sendo feito o delineamento split-plot em base temporal dos resultados conforme: STEEL and TORRIE, 1960.

4.5.1.2 – DETERMINAÇÃO DA VARIAÇÃO TOTAL DA COR

As amostras foram diluídas na proporção de 1/4 em balões volumétricos de 100 mL, sendo a determinação da cor realizada no período de 1 dia, 10 dias, 20 dias e 30 dias. A determinação Instrumental da Cor foi avaliada através de um espectrofotômetro Colorquest Hunterlab, usando um sistema de leitura CIELAB para reflectância especular incluída,

conferindo os seguintes padrões de calibração: N° C6299 de março de 1996, D65/10o Branco X7746 Y8208 Z8838 N° C6299G de março de 1996, D65/10° Cinza X4771 Y5083 Z5494. As amostras foram colocadas em cubeta de vidro opticamente limpo com 10 mm de caminho óptico. Foi calculada a diferença total de cor (E^*) de acordo com a equação:

$$\Delta E^* = \sqrt{(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2}.$$

Onde : Δ é a diferença entre cada parâmetro de cor da amostra controle.

Ao final de 30 dias foi medido também a turbidez das amostras (HAZE), para comparação entre as amostras estocadas nas três temperaturas (-18°C , $10 \pm 2^\circ\text{C}$ e $25 \pm 3^\circ\text{C}$)

4.5.1.3 – DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS TOTAIS

Inicialmente foi utilizado o método de Bligh Dyer (1959) para a determinação de lipídios em amostras líquidas.

Um dos reagentes utilizados na análise é o clorofórmio e como este possui uma grande afinidade com a cafeína, sendo utilizado como um solvente extrator para análise deste composto em café, chá e outras fontes de cafeína. Esta afinidade acarreta um erro no método, pois se contabiliza no final o peso dos lipídios presentes e também da cafeína. Para corrigir este erro foi determinado o teor da cafeína presente nas amostras por Cromatografia Líquida de Alto Desempenho. Foi determinada a porcentagem de cafeína contida nas amostras e descontado da porcentagem de lipídios totais determinada nas amostras, obtendo assim a porcentagem correta dos lipídios totais presentes. Sendo feito o delineamento split-plot em base temporal dos resultados conforme: STEEL and TORRIE, 1960.

4.5.2 – ANÁLISES CROMATOGRÁFICAS

4.5.2.1 - QUANTIFICAÇÃO DE CAFEÍNA E ÁCIDO CLOROGÊNICO POR HPLC NAS FORMULAÇÕES DE EXTRATO LÍQUIDO CONCENTRADO DE CAFÉ.

Os reagentes utilizados para a realização da análise foram: padrões de cafeína e ácido clorogênico Sigma, metanol grau HPLC (JT Baker), água ultra-purificada no sistema Direct Q (Millipore), ácido cítrico, ferrocianeto de potássio e acetato de zinco grau p.a.

O procedimento analítico para a determinação de cafeína e ácido clorogênico nas amostras foi feito de acordo com o método utilizado por Fujioka e Shibamoto (2008), com modificações, sendo realizado da seguinte forma: Em um tubo de centrífuga (15 mL), colocou-se 3 mL de amostra, 0,1 mL dos reagentes de Carrez I e II e 0,8 de metanol. Agitou-se num agitador de tubos, deixou-se decantar por 10 min e centrifugou-se (5000 rpm) por 10 min., o sobrenadante foi então diluído 50 vezes com água ultra-pura (0,5 mL em balão volumétrico de 25 mL) e filtrado em membrana de 0,45 µm. A alíquota de 5 µL do filtrado foi injetada no sistema de CLAE da Agilent (série 1100), com detector de arranjo de diodos (DAD). A separação cromatográfica ocorreu em uma coluna C18 (150 mm x 4,6 mm, 3 µm – MetaSil MetaChem). A fase móvel foi composta por metanol (A) e solução aquosa de ácido cítrico 10 mmol/L (B), inicialmente numa proporção de 30:70, aumentando até 32,5:67,5 nos primeiros 7 minutos. Em seguida, alterou-se a proporção para 60:40 (A:B), mantendo-se até o final da corrida (tempo total: 17 min). A vazão da fase móvel foi de 0,5 mL/min. Os comprimentos de onda utilizados foram 325 nm para o ácido clorogênico e 276 nm para cafeína. As concentrações dos compostos foram calculados por meio de uma curva de calibração externa.

A determinação de cafeína e ácido cloragênico foi realizada nas três formulações (Açúcar, Edulcorante e Natural) armazenadas a temperaturas de (-18°C, 10 ±2°C e 25 ±3°C) durante um período de 45 dias, sendo as análises realizadas nas amostras em intervalos de 15 dias.

4.5.2.2 – QUANTIFICAÇÃO DE 2-ETIL PIRAZINA E ACIDO 3-METIL BUTANÓICO NAS FORMULAÇÕES DE EXTRATO LÍQUIDO CONCENTRADO DE CAFÉ POR MICROEXTRAÇÃO EM FASE SÓLIDA DE HEADSPACE (HD-SPME) E CROMATOGRAFIA GASOSA ACOPLADA A ESPECTROMETRIA DE MASSAS (GC/MS).

Para a quantificação dos compostos pipetou-se 5 mL de extrato de café em vials de 40 mL e adicionou-se a este volume 2 g de NaCl, os vials foram então fechados com tampas próprias dotadas de septos de PTFE/silicone (Supelco - Bellefonte, PA, USA) e mantidos a temperatura de 40 °C por 15 min. para equilíbrio, e após por 30 min. para exposição da fibra e extração dos compostos voláteis. A fibra utilizada foi a carboxen/polydimethylsiloxane (CAR/PDMS), 75 µm da Supelco (Bellefonte, PA, USA).

Durante a extração a amostra permaneceu sob agitação com auxílio de um agitador magnético. Após este período de extração, a fibra foi submetida à dessorção térmica a 250 °C no injetor do cromatógrafo a gás por um período de 1 minuto. Para evitar efeito memória da fibra, realizou-se um branco da fibra entre cada extração a fim de garantir a qualidade dos experimentos.

Para as análises cromatográficas utilizou-se um cromatógrafo a gás (GC) marca Shimadzu 17A, acoplado a um espectrômetro de massas quadrupolar Shimadzu QP5000, operando no modo de impacto eletrônico com 70 eV, com monitoramento de íons seletivos m/z 60 e 87 para o ácido 3- metil butanóico (do início da corrida ate 8,5 min.); e 107 e 80 para 2-etil pirazina (de 8,6 a 25 min). Para a separação cromatográfica empregou-se uma coluna capilar HP-5MS (30 m x 0,25 mm de diâmetro interno x 0,25 µm de fase estacionária) J&W Scientific (EUA). As condições de análises foram: injetor: 250°C em modo splitless, por 1 min., fluxo de purga do septo: 20 mL.min⁻¹, gás de arraste 1mL.min⁻¹; rampa de temperatura: 40 °C (2min.), aumentando 3 °C.min⁻¹ até 80 °C, e após 25 °C.min⁻¹ até 200 °C permanecendo nesta temperatura por 5 min; Interface a 240 °C.

Para a quantificação dos compostos de interesse utilizou-se o método de adição padrão conforme descreve Ribani et al (2004).

4.5.3 - ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS

Foram realizadas as seguintes análises microbiológicas durante a vida de prateleira do produto:

- Análise de coliformes totais pelo método de NMP, de acordo com a APHA, 2001, método desenvolvido por Dowes & Ito, 2001.
- Análises de bactérias mesófilas de acordo com a APHA, 2001, método desenvolvido por Swanson et al, 2001.
- Análise de fungos termorresistentes de acordo com a APHA, 2001 método desenvolvido por Beuchat & Pitt, 2001.
- Análise de Bolores e Leveduras de acordo com a APHA, 2001, método desenvolvido por Dowes & Ito, 2001.

4.6 - ANÁLISES SENSORIAIS

Foram realizadas as seguintes análises sensoriais:

4.6.1 – ANÁLISE SENSORIAL DE VIDA DE PRATELEIRA

Foi realizado um teste sensorial em nível de consumidor, sendo realizado com 60 provadores de diferentes idades consumidoras de café. Para a análise foi utilizada uma ficha sensorial onde o provador, através de uma escala hedônica estruturada de nove pontos, (9 – gostei extremamente e 1 – desgostei extremamente), avaliou os seguintes atributos: Sabor, Aroma, Doçura e Impressão Global. As fichas sensoriais utilizadas se encontram em Anexo.

As amostras foram oferecidas em bandejas com xícaras de porcelana previamente codificadas e aquecidas em um aparelho Esterilizador de xícaras do tipo leiteira da marca Bathory. De acordo com a Figura 7.



Figura 7 – Modo de apresentação do café ao provador na realização da análise sensorial

No tempo zero, 1º dia, foi realizada uma análise sensorial comparativa entre as amostras dos produtos contendo edulcorante e açúcar, sendo oferecido uma amostra por vez a cada provador. Nos outros períodos – 10, 20 e 30 dias, as amostras dos produtos contendo açúcar e edulcorante foram apresentadas aos provadores em dois blocos contendo três amostras cada, onde o consumidor pode comparar o produto acondicionado com o tempo em três temperaturas diferentes (-18°C , $10 \pm 2^{\circ}\text{C}$ e $25 \pm 3^{\circ}\text{C}$). Foi realizado um delineamento entre as amostras servidas em cada bloco, como também na ordem de formulação servida (edulcorante – açúcar, açúcar - edulcorante), sendo aplicado no intervalo entre cada bloco de amostras um questionário ao provador com perguntas sobre o seu gosto e hábito de consumo de café. As fichas sensoriais e o questionário aplicado se encontram no Anexo.

A formulação de extrato de café Natural foi avaliada por uma equipe treinada da empresa Café Daterra, sendo levantados alguns atributos presentes na amostra.

4.6.2 – ANÁLISE SENSORIAL AVALIATIVA ENTRE TRÊS TIPOS DE CAFÉS

Foi realizado um Teste sensorial comparativo a nível de consumidor entre o extrato de café concentrado comercial fornecido pela empresa Cia. Cacique de Café Solúvel, o extrato produzido nas colunas e o café coado, sendo para este último utilizado o mesmo café utilizado para a produção do extrato concentrado no projeto.

Os extratos de cafés foram diluídos até a concentração final de 3°Brix com adição de água a 96 °C, com adição de 7% de açúcar ao volume final. Para o preparo do café coado foi utilizada uma máquina de café filtrado da marca BUNN, sendo utilizada uma quantidade de café suficiente para que a extração final apresentasse 3°Brix, ao café coado pronto foi adicionado 7% de açúcar ao volume final.

Foi oferecida uma amostra por vez a cada provador, onde este avaliou a amostra utilizando uma escala hedônica não estruturada de 9 pontos, onde 9 – gostei extremamente e 0 – desgostei extremamente. As amostras também foram servidas em xícaras de porcelana codificadas e pré-aquecidas. Os seguintes atributos foram avaliados: Sabor, Cor, Aroma, Doçura e Impressão Global. A análise envolveu 60 consumidores de café, cujo modelo de ficha sensorial aplicada encontra-se em anexo.

Nesta análise sensorial foram comparados os resultados obtidos para cada amostra, o café preparado utilizando o extrato produzido com adição de açúcar, o café preparado utilizando o extrato comercial da Marca Cacique e o café coado ambos com adição de açúcar. De modo a compará-los de acordo com as notas obtidas, avaliando assim qual apresentaria a melhor nota de acordo com o consumidor.

5 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 – GRAU DE TORRA DO CAFÉ UTILIZADO NAS COLUNAS DE EXTRAÇÃO PARA A PRODUÇÃO DO EXTRATO DE CAFÉ.

Com os rendimentos dos teores de sólidos nas extrações dos diferentes graus de torra obtidos foi feita uma curva de extração, que pode ser vista no Gráfico 2, onde se obteve uma equação linear que relaciona o rendimento de extração com o grau de torra do café.

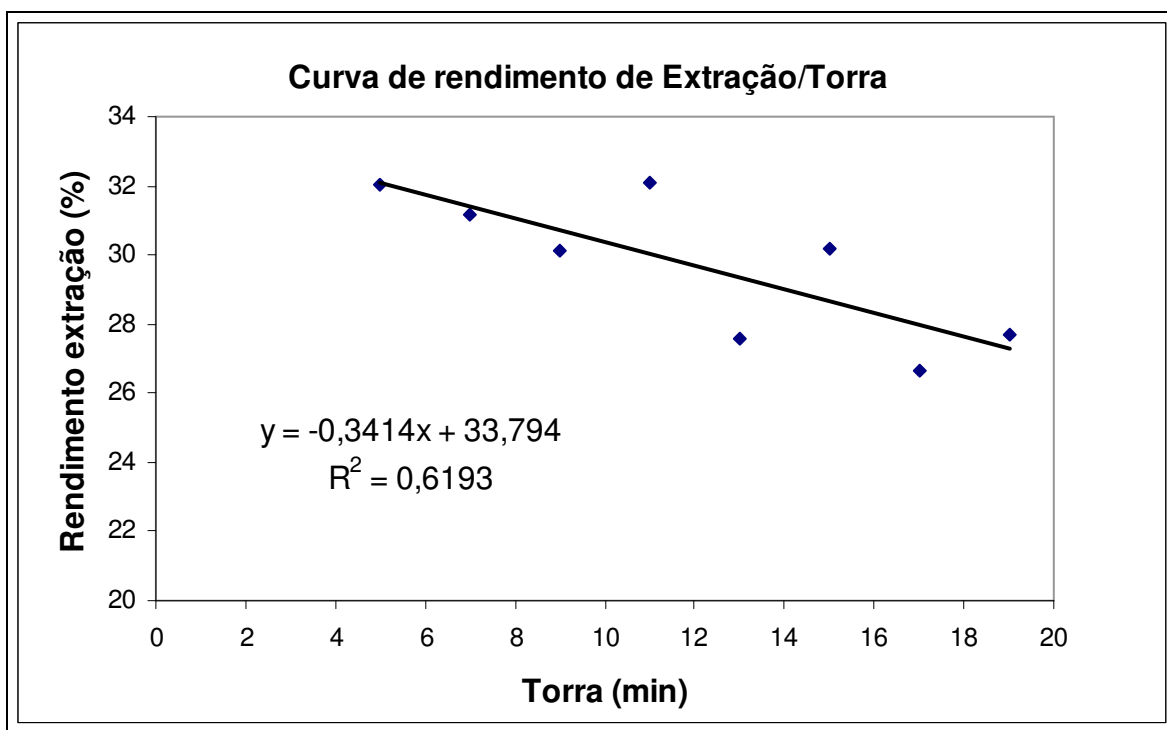


Gráfico 2– Gráfico de curva de extração pela torra utilizada

Pode-se perceber que o rendimento de extração, ou quantidade de sólidos solúveis totais do café diminuem com o aumento do grau de torra. Por este motivo foi escolhido o

tempo de torra de 15 minutos, no qual são desenvolvidos todos os compostos de aromas e sabor do café e o rendimento é bom.

O café utilizado para a produção do extrato de café de acordo com a equação do Gráfico 2 possui um rendimento de extração de 31,35%, e um tempo de torra médio, calculado pela equação de 7,15 min de torra. Vale ressaltar que a curva foi feita de acordo com a torra realizada em nível laboratorial, sendo o tempo de torra variável com o equipamento utilizado.

5.2 - DETERMINAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS DURANTE O TEMPO DE ESTOCAGEM DE 30 DIAS

Foram realizadas as determinações físico-químicas com o decorrer do tempo de estocagem de 30 dias, considerando as três diferentes temperaturas de armazenamento. A primeira análise foi realizada no tempo de um dia após o processamento e o restante no decorrer do tempo de estocagem.

5.2.1 – DETERMINAÇÃO DO TEOR DE PROTEÍNA (NITROGÊNIO TOTAL X 6,25)

A determinação de proteína (Nitrogênio total x 6,25) foi realizada apenas no décimo dia de estocagem, para que se obtivesse o teor de proteína real das formulações do extrato de café a diferentes temperaturas, sem considerar uma possível variação decorrente do possível desenvolvimento microbiológico. Os resultados obtidos se encontram na Tabela 4.

Tabela 4 - Teor de proteínas (Teor de nitrogênio total x 6,25) das formulações com e sem adição de açúcar e edulcorantes, armazenadas em três diferentes temperaturas no tempo de estocagem de 10 dias.

Formulações	Teor de nitrogênio total x 6,25 (%)
Açúcar a -18°C	3,45
Açúcar a10 ±2°C	3,48
Açúcar 25 ±3°C	3,05
Edulcorante a -18°C	4,43
Edulcorante a10 ±2°C	4,48
Edulcorante 25 ±3°C	4,71
Natural a -18°C	4,76
Natural a10 ±2°C	4,32
Natural 25 ±3°C	4,77

De acordo com os dados apresentados na Tabela 4, os teores de proteínas da formulação contendo açúcar são menores em relação a das outras formulações, o que era de se esperar por causa da presença do açúcar. As formulações natural e com adição de edulcorantes, apresentaram teores de proteína semelhantes.

5.2.2 – DETERMINAÇÃO DE SÓLIDOS TOTAIS

Foi realizada a determinação do teor de sólidos totais presentes nas amostras com e sem adição de açúcar e edulcorante no decorrer do tempo de estocagem, os resultados se encontram na Tabela 5.

Tabela 5 – Teor de Sólidos Totais (%) das formulações com e sem adição de açúcar e edulcorante durante 1, 10, 20 e 30 dias de estocagem a três diferentes temperaturas.

Formulações	Tempo de Estocagem (dias)	Temperatura de armazenamento		
		-18 °C	10 ±2 °C	25 ±3 °C
Açúcar	1	39,48 ^A	39,48 ^A	39,48 ^A
	10	36,00 ^A	37,70 ^A	38,50 ^A
	20	40,32 ^A	41,62 ^A	40,04 ^A
	30	39,71 ^A	38,80 ^A	40,07 ^A
Edulcorante	1	15,88 ^B	15,88 ^B	15,88 ^B
	10	15,80 ^B	16,80 ^B	14,70 ^B
	20	16,33 ^B	16,39 ^B	14,94 ^B
	30	14,08 ^B	15,28 ^B	15,38 ^B
Natural	1	15,80 ^B	15,80 ^B	15,80 ^B
	10	15,10 ^B	15,00 ^B	15,00 ^B
	20	16,00 ^B	16,12 ^B	15,95 ^B
	30	15,91 ^B	15,30 ^B	15,45 ^B

(*) médias seguidas pelas mesmas letras não apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade.

De acordo com os dados observados na Tabela 5, a formulação contendo açúcar apresentou maior teor (%) de sólidos totais em relação às demais formulações, como já se esperava.

As formulações contendo edulcorante e natural apresentaram teores de sólidos solúveis semelhantes. Não houve variação significativa no valor com o tempo de estocagem e com a temperatura de armazenamento, que demonstra que a embalagem protege bem o produto, não havendo incorporação de umidade, nem perda de componentes com a temperatura ou tempo de estocagem.

5.2.3 - TEOR DE CINZAS

Tabela 6 – Teor de Cinzas (%) das formulações com e sem adição de açúcar e edulcorantes durante 1, 10, 20 e 30 dias de estocagem a três diferentes temperaturas.

Formulações	Tempo de Estocagem (dias)	Temperatura de armazenamento		
		-18°C	10 ±2°C	25 ±3°C
Açúcar	1	1,21 ^A	1,21 ^A	1,21 ^A
	10	1,23 ^A	1,15 ^A	1,30 ^A
	20	1,26 ^A	1,26 ^A	1,29 ^A
	30	1,24 ^A	1,16 ^A	1,25 ^A
Edulcorante	1	1,86 ^B	1,86 ^B	1,86 ^B
	10	1,82 ^B	1,69 ^B	1,82 ^B
	20	1,83 ^B	1,73 ^B	1,86 ^B
	30	1,79 ^B	1,75 ^B	1,86 ^B
Natural	1	1,77 ^B	1,77 ^B	1,77 ^B
	10	1,72 ^B	1,79 ^B	1,83 ^B
	20	1,73 ^B	1,79 ^B	1,63 ^B
	30	1,66 ^B	1,73 ^B	1,81 ^B

(*) médias seguidas pelas mesmas letras não apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade.

De acordo com os dados observados na Tabela 6, a formulação contendo açúcar apresentou menor teor de cinzas que as formulações natural e com adição de edulcorantes, isto se deve ao fato do extrato de café puro possuir um maior teor de sais em sua composição e a adição do açúcar venha a reduzir este valor, já que o açúcar puro possui baixo teor de sais. A diferença significativa apresentada foi apenas entre as formulações, sendo que não houve diferença entre a formulação natural e a com edulcorante, que demonstra que a adição do edulcorante não interfere no teor de sais final presentes nas amostras.

Não houve diferença significativa entre o tempo e temperatura de armazenamento das amostras, que mostra que estes fatores não influem no teor de cinzas.

5.2.4 – TEOR DE SÓLIDOS SOLÚVEIS

Os resultados do teor de Brix ao longo do tempo de estocagem em diferentes temperaturas, pode ser observado na Tabela 7 abaixo.

Tabela 7 – Valor de °Brix das formulações com e sem adição de açúcar durante 1, 10, 20 e 30 dias de estocagem a três diferentes temperaturas.

Formulações	Tempo de Estocagem (dias)	Temperatura de armazenamento		
		-18 °C	10 ±2 °C	25 ±3 °C
Açúcar	1	38,2 ^A	38,2 ^A	38,2 ^A
	10	37,3 ^A	37,2 ^A	40,0 ^A
	20	39,8 ^A	39,8 ^A	39,9 ^A
	30	38,1 ^A	38,2 ^A	39,4 ^A
Edulcorante	1	18,3 ^B	18,3 ^B	18,3 ^B
	10	17,9 ^B	18,3 ^B	18,1 ^B
	20	18,6 ^B	19,2 ^B	17,3 ^B
	30	17,6 ^B	18,0 ^B	18,4 ^B
Natural	1	17,9 ^B	17,9 ^B	17,9 ^B
	10	16,7 ^B	17,9 ^B	18,9 ^B
	20	18,0 ^B	16,6 ^B	18,1 ^B
	30	18,7 ^B	19,0 ^B	18,1 ^B

(*) médias seguidas pelas mesmas letras não apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade.

De acordo com os dados observados na Tabela 7, não houve variação significativa nos valores de °Brix com o tempo de estocagem nas amostras com e sem adição de açúcar e edulcorantes armazenadas em três diferentes temperaturas. As amostras contendo açúcar apresentaram maior teor de sólidos solúveis em relação as outras, como era de se esperar.

5.2.5 – DETERMINAÇÃO DO VALOR DE pH

Foi realizada a determinação do valor de pH após um dia de processamento e ao longo do tempo de estocagem de 30 dias, onde este foi medido em intervalos de 10 dias. Os resultados podem ser observados nos Gráficos 3, 4 e 5 abaixo.

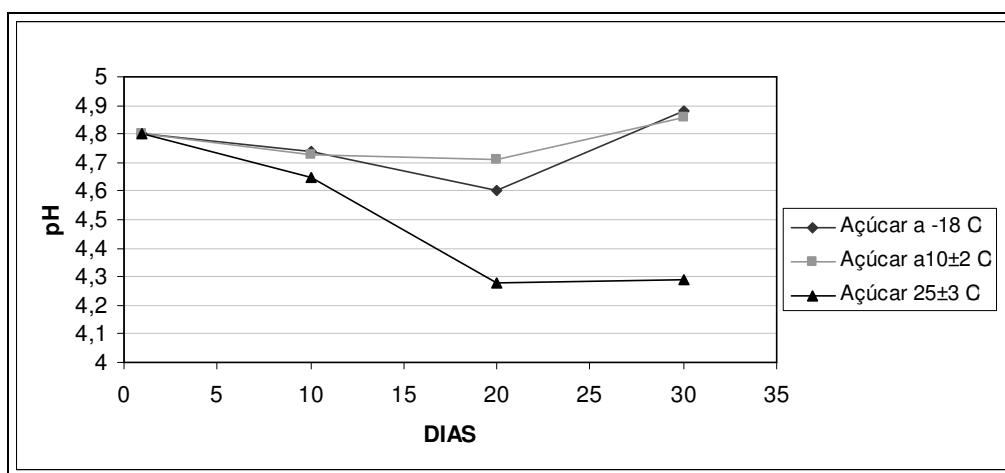


Gráfico 3 – Variação do pH durante o tempo de estocagem da Formulação Açúcar em três diferentes temperaturas.

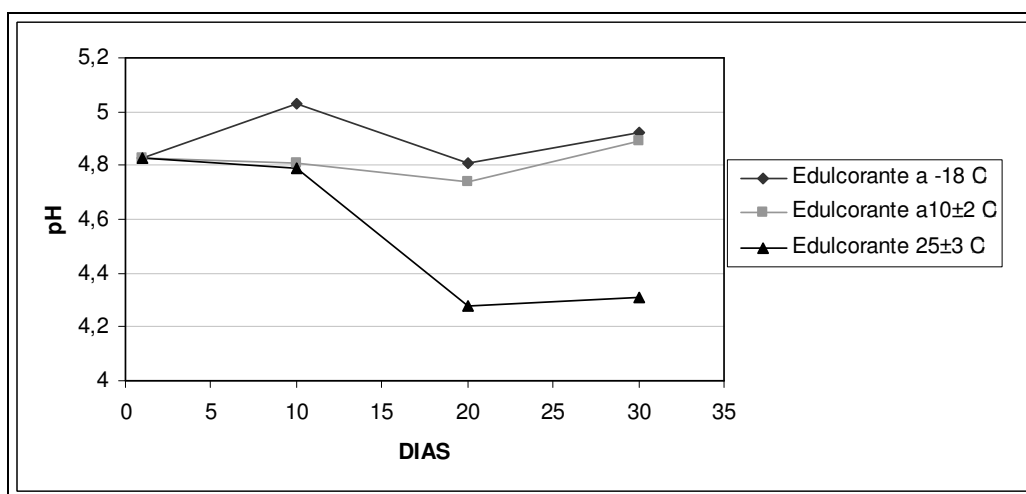


Gráfico 4 - Variação do pH durante o tempo de estocagem da Formulação Edulcorante em três diferentes temperaturas.

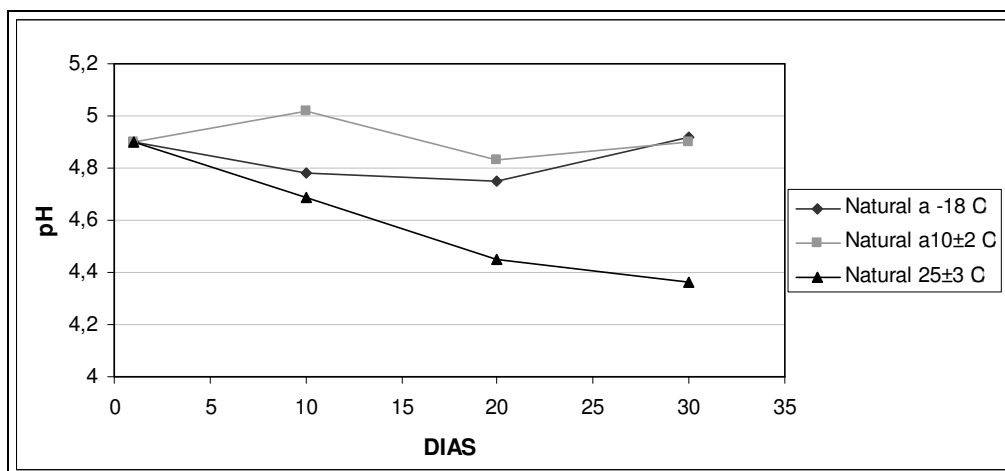


Gráfico 5 - Variação do pH durante o tempo de estocagem da Formulação Natural em três diferentes temperaturas.

Como pode ser observados nos gráfico da relação pH com o tempo de estocagem, as formulações estocadas a temperatura de congelamento (-18°C) e de refrigeração ($10 \pm 2^{\circ}\text{C}$) tiveram comportamento semelhante, mantendo seu pH ao final de 30 dias próximo ao pH inicial. No entanto em todas as formulações estocadas a temperatura ambiente de $25 \pm 3^{\circ}\text{C}$ houve queda no valor do pH final, ficando este próximo a 4,3.

A queda do pH ao longo do tempo de estocagem na formulação a temperatura ambiente pode ser devido a hidrólise de compostos presentes, como gomas, polissacarídeos e ácido clorogênico.

5.2.6 – DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ TOTAL TITULÁVEL

Foi determinada a Acidez Titulável presente nas amostras ao longo do tempo de 30 dias, em intervalos de 10 dias. Os resultados podem ser vistos nos Gráficos 6, 7 e 8.

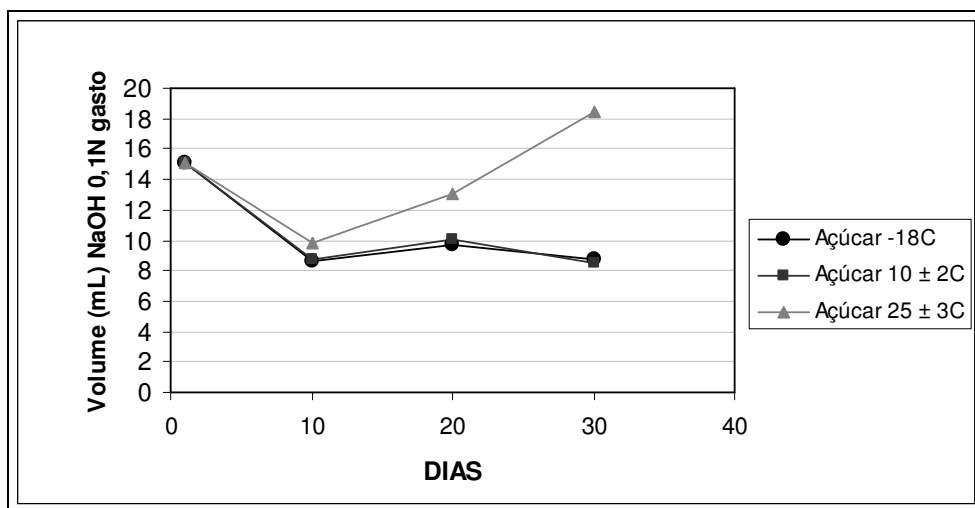


Gráfico 6 – Variação da Acidez total titulável em Volume (mL) de NaOH 1N / 100 mL da Formulação com Açúcar, ao longo de 30 dias.

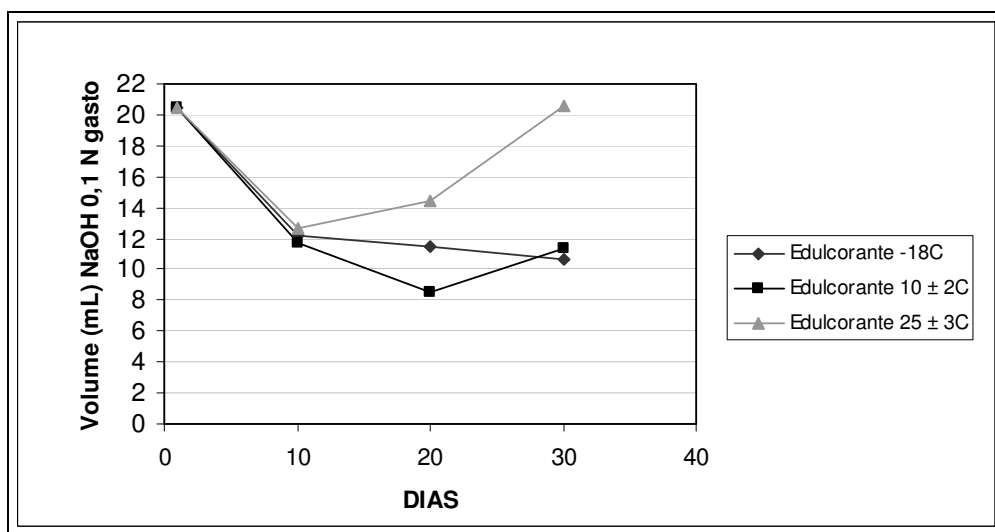


Gráfico 7 – Variação da Acidez total titulável em Volume (mL) de NaOH 1N / 100 mL da Formulação com Edulcorante, ao longo de 30 dias.

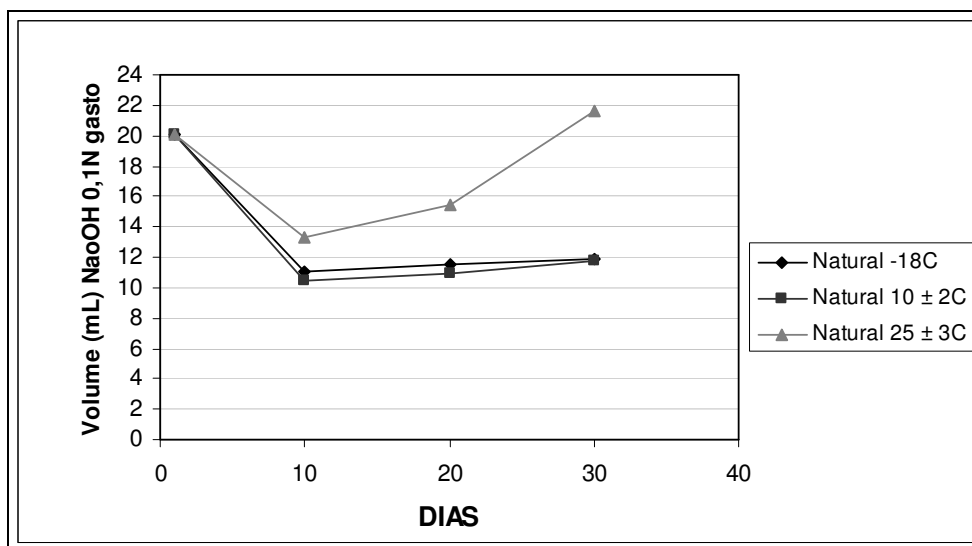


Gráfico 8 – Variação da Acidez total titulável em Volume (mL) de NaOH 1N / 100 mL da Formulação Natural, ao longo de 30 dias.

O volume de NaOH 0,1N é diretamente proporcional a acidez presente no produto. Assim sendo todas as formulações apresentaram um elevado teor de acidez no primeiro dia, este reduziu a um valor menor após 10 dias de estocagem, provavelmente devido a reação com os ingredientes e antimicrobianos e antioxidantes utilizados, pois são sais de caráter básico.

A acidez se manteve baixa e estável ao longo do tempo nas formulações armazenadas a temperatura de refrigeração ($10 \pm 2^\circ\text{C}$) e congelamento (-18°C). No entanto as formulações armazenadas a temperatura ambiente ($25 \pm 3^\circ\text{C}$), ocorreu redução da acidez nos 10 primeiros dias, mas no entanto ocorreu seu aumento nos dias posteriores. Este aumento da acidez pode estar relacionado com reações de oxidação dos compostos presentes ou hidrólise envolvendo ácidos normalmente presentes no café, que podem ocorrer nesta temperatura ao longo do tempo. Isto colaborou para a redução da qualidade do produto, com menor aceitação sensorial, pois houve interferência tanto no sabor quanto no aroma do café.

5.2.7 – DETERMINAÇÃO DA ATIVIDADE DE ÁGUA (A_w)

Tabela 8 – Atividade de água das formulações com e sem adição de açúcar e edulcorantes durante 1, 10, 20 e 30 dias de estocagem a três diferentes temperaturas.

Formulações	Tempo de Estocagem (dias)	Temperatura de armazenamento		
		-18 °C	10 $\pm$ 2 °C	25 $\pm$ 3 °C
Açúcar	1	0,832	0,832	0,832
	10	0,833	0,838	0,835
	20	0,878	0,878	0,819
	30	0,966	0,964	0,962
Edulcorante	1	0,832	0,832	0,832
	10	0,837	0,840	0,835
	20	0,889	0,889	0,862
	30	0,968	0,964	0,963
Natural	1	0,831	0,831	0,831
	10	0,840	0,841	0,849
	20	0,872	0,889	0,867
	30	0,969	0,967	0,965

De acordo com os dados apresentados na Tabela 8, a atividade de água se manteve praticamente a mesma nas formulações até os 10 dias de armazenamento a diferentes temperaturas. A atividade de água neste período se manteve abaixo de 0,85. No entanto houve um aumento na atividade de água em 20 dias de armazenamento, isto pode ser devido a hidrólise de colóides presentes na amostra devido ao aumento da acidez ao longo do tempo, principalmente nas amostras armazenadas a temperatura ambiente. A hidrólise dos compostos coloidais, possivelmente contribuíram para a formação de uma solução verdadeira, com aumento da quantidade de água livre no produto, o que pode favorecer o crescimento microbiano com o tempo de estocagem.

5.2.8 – DETERMINAÇÃO DO TEOR DE AÇÚCARES TOTAIS E AÇÚCARES REDUTORES

Tabela 9 – Teores de açúcares redutores (%) nas formulações com e sem adição de açúcar e edulcorante durante 1, 10, 20 e 30 dias de estocagem, em três diferentes temperaturas.

Formulações	Tempo de Estocagem (dias)	Temperatura de armazenamento		
		-18 °C	10 ±2 °C	25 ±3 °C
Açúcar	1	3,82	3,82	3,82
	10	3,88	3,88	3,41
	20	2,96	3,00	2,91
	30	5,17	5,16	5,08
Edulcorante	1	3,59	3,59	3,59
	10	3,92	3,86	3,43
	20	3,54	3,23	3,41
	30	4,95	5,21	4,97
Natural	1	3,38	3,38	3,38
	10	3,50	3,51	3,75
	20	3,19	3,44	3,31
	30	5,37	5,20	5,00

De acordo com os resultados dos teores de açúcares redutores nas formulações Açúcar, Edulcorante e Natural, em diferentes temperaturas com o tempo de estocagem apresentados na Tabela 9, houve aumento do teores de açúcares redutores ao final de 30 dias de estocagem, sendo os valores iniciais próximos para as três formulações.

Praticamente não houve variação no teor de açúcares redutores nas amostras até 20 dias de estocagem, havendo apenas um aumento em 30 dias, que pode ser devido a redução do pH e aumento da acidez com o tempo de estocagem, pois a presença de ácidos no produto acarreta a transformação de açúcares não redutores à açúcares redutores.

Tabela 10 – Teor de açúcares totais (%) nas formulações com e sem adição de açúcar e edulcorante durante 1, 10, 20 e 30 dias de estocagem, em três diferentes temperaturas.

Formulações	Tempo de Estocagem (dias)	Temperatura de armazenamento		
		-18 °C	10 ±2 °C	25 ±3 °C
Açúcar	1	46,40	46,40	46,46
	10	28,75	31,17	31,58
	20	21,91	21,14	21,34
	30	21,58	24,01	22,97
Edulcorante	1	15,84	15,84	15,84
	10	15,24	15,64	15,74
	20	15,38	16,16	15,43
	30	21,63	21,53	16,71
Natural	1	14,33	14,33	14,33
	10	15,29	14,56	14,56
	20	16,11	15,53	15,14
	30	14,16	14,52	15,60

De acordo com os dados apresentados na Tabela 10, na formulação com adição de açúcar houve redução no teor de açúcares totais com o tempo, o que mostra hidrólise destes açúcares em açúcares redutores e outros compostos, isto pode ser devido ao aumento do pH e da acidez durante o tempo de estocagem.

Nas formulações Natural e com edulcorante houve variação do teor de açúcares totais com o tempo, pois continham baixo teor de açúcar, não sendo praticamente modificado com o tempo de estocagem, havendo possivelmente apenas pequena hidrólise de polissacarídeos e gomas presentes.

5.2.9 – DETERMINAÇÃO DA VARIAÇÃO DA VISCOSIDADE

Tabela 11 - Viscosidade (mPa) medida a 4 °C das formulações com e sem adição de açúcar e edulcorante durante 1, 10, 20 e 30 dias de estocagem, em três diferentes temperaturas.

Formulações	Tempo de Estocagem (dias)	Temperatura de armazenamento		
		-18 °C	10 ±2 °C	25 ±3 °C
Açúcar	1	11,10	11,10	11,10
	10	12,25	12,60	14,24
	20	11,80	13,40	13,50
	30	11,90	13,35	13,85
Edulcorante	1	4,00	4,00	4,00
	10	3,95	4,41	4,42
	20	3,98	4,36	4,21
	30	3,77	4,17	4,30
Natural	1	3,87	3,87	3,87
	10	3,82	4,19	4,71
	20	3,69	4,13	4,70
	30	4,09	4,24	4,22

Tabela 12 – Resultados obtidos por ANOVA – viscosidade a 4 °C

ANOVA -Esquema de parcelas subdivididas no tempo (Split-plot)					
Fonte	gl	SQ	SQM	F	p-valor
Formulação, R	2	563,42	281,71	788,98	0,0006%
Temperatura de estocagem (T °C), A	2	3,37	1,69	4,72	8,84%
Resíduo, AR	4	1,43	0,36		
Total, AR	8	568,22	71,03		
Tempo de estocagem (dias), B	3	4,33	1,44	0,03	99,24%
Interação, BxR	6	4,09	0,68	0,01	99,99%
Interação, Ax B	6	1,43	0,24	0,01	99,99%
Resíduo	12	569,41	47,45		0,0006%
Total	35	579,26		788,98	8,84%

De acordo com os dados obtidos na Tabela 12 delineamento Split-plot, houve diferença significativa na viscosidade medida a 4 °C entre as amostras quanto ao tipo de formulação, o que pode ser observado pelos dados da Tabela 11, onde os valores para as formulações com edulcorante e natural apresentam valores próximos e diferem dos valores para a formulação com açúcar, mostrando com isto que os edulcorantes praticamente não interferem na viscosidade do produto e da bebida final.

Não houve diferença significava entre os tempos de estocagem como também a temperatura e suas interações.

Tabela 13 – Viscosidade (mPa) medida a 25°C das formulações com e sem adição de açúcar e edulcorante durante 1, 10, 20 e 30 dias de estocagem, em três diferentes temperaturas.

Formulações	Tempo de Estocagem (dias)	Temperatura de armazenamento		
		-18°C	10 ±2°C	25 ±3 °C
Açúcar	1	5,57	5,57	5,57
	10	5,97	6,04	6,77
	20	5,74	6,21	6,53
	30	5,92	6,45	6,70
Edulcorante	1	2,82	2,82	2,82
	10	2,92	2,94	2,96
	20	2,81	2,85	2,86
	30	2,76	2,88	2,88
Natural	1	2,78	2,78	2,78
	10	2,91	2,89	2,85
	20	2,78	2,88	2,81
	30	2,90	2,88	2,85

Tabela 14 – Resultados obtidos por ANOVA – Viscosidade a 25°C

ANOVA -Esquema de parcelas subdivididas no tempo (Split-plot)					
Fonte	gl	SQ	SQM	F	p-valor
Formulação, R	2	83,79	41,89	370,24	0,0029%
Temperatura de estocagem (T°C), A	2	0,26	0,13	1,15	40,27%
Resíduo, AR	4	0,45	0,11		
Total, AR	8	84,50	10,56		
Tempo de estocagem (dias), B	3	0,55	0,18	0,03	99,40%
Interação, BxR	6	0,62	0,10	0,01	99,99%
Interação, AxB	6	0,13	0,02	0,00	100,00%
Resíduo	12	84,71	7,06		
Total	35	86,01			

De acordo com os dados obtidos na Tabela 14 delinemaneto Split-plot, apenas houve diferença significativa na viscosidade a 25°C entre as amostras quanto ao tipo de formulação, sendo este o mesmo resultado obtido para viscosidade medida a temperatura de 4°C, o que pode também ser confirmado pelos dados obtidos na Tabela 13.

Foi calculada a energia de ativação e o valor de k_0 das amostras para o modelo de Arrhenius, que descreve a viscosidade em função da temperatura, utilizando as médias dos valores obtidos para a viscosidade nas temperaturas de 4 e 25°C, cujos resultados se encontram na Tabela 15.

Tabela 15 - Energia de ativação e constante de Arrhenius (k_0)

Formulação	Açúcar	Edulcorante	Natural
Energia de Ativação (kJ·mol ⁻¹)	23,585	12,028	12,136
K_0 (Pa·s)	0,00045	0,0223	0,0212

De acordo com os valores da Tabela 15, a formulação natural e com adição de edulcorantes, apresentaram resultados semelhantes, mostrando que adição de edulcorante não modifica a viscosidade do produto, ao contrário do que ocorre com a adição de açúcar.

5.2.10 – DETERMINAÇÃO DA VARIAÇÃO DA COR.

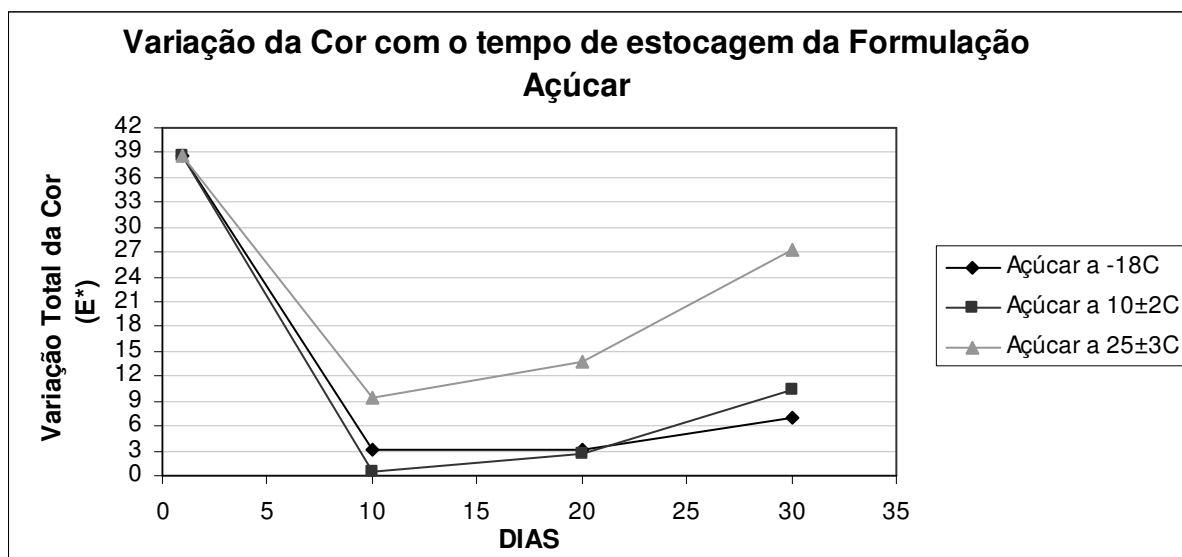


Gráfico 9- Variação da cor da Formulação com Adição de açúcar armazenada a diferentes temperaturas com o tempo.

De acordo com o Gráfico 9 houve redução da cor nos 10 primeiros dias, mas houve um aumento ao longo do tempo de estocagem. A amostra estocada a temperatura ambiente perdeu cor de forma semelhante as outras amostras, no entanto ela se possui um valor maior de turbidez em 30 dias, de acordo com a Tabela 16. Isto possivelmente se deve a hidrólise dos compostos presentes na amostra devido ao aumento da acidez e redução do pH, como também a reações de oxidação e crescimento microbiano que ocorreram devido a temperatura de armazenamento.

As amostras armazenadas na temperatura de congelamento e refrigeração apresentaram comportamento semelhante na alteração da cor com o tempo, como também valores próximos de turbidez. O aumento da cor ao final de 30 dias pode ser devido a uma menor acidez das amostras, como também melhor conservação devido a temperatura de estocagem e os antioxidantes adicionados.

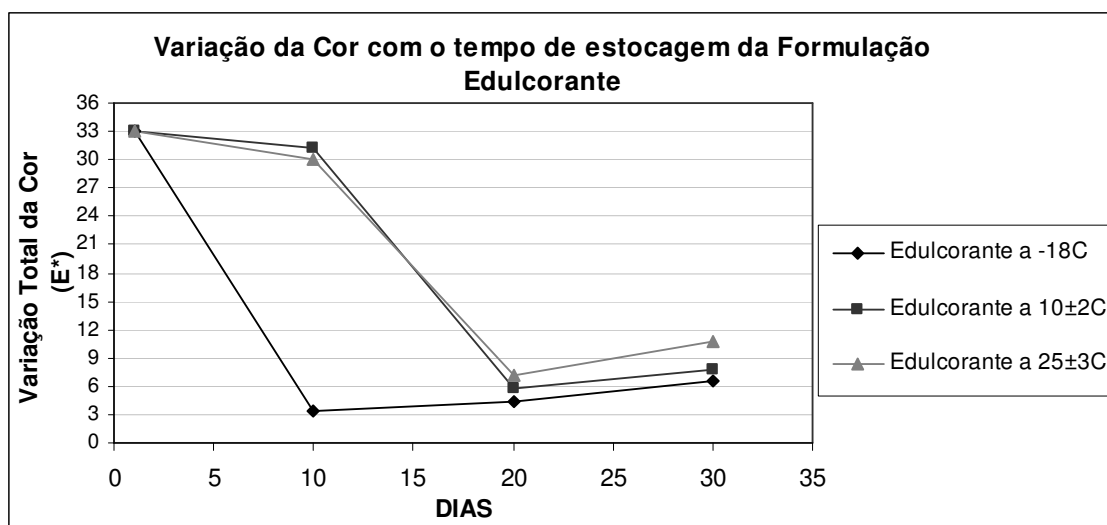


Gráfico 10 - Variação da cor da Formulação com adição de Edulcorantes armazenada a diferentes temperaturas com o tempo.

De acordo com o Gráfico 10 houve variação da cor das amostras armazenadas nas três diferentes temperaturas ao longo do tempo de estocagem de 30 dias, sendo que a amostras a temperatura de congelamento apresentou maior redução nos 10 primeiros dias em comparação com as outras amostras, havendo pequeno aumento ao longo do tempo de estocagem, isto pode ser devido a ação do ascorbato de sódio e do SO_2 devido as suas propriedades antioxidantes entre elas a manutenção da cor, como também a redução da acidez da amostra no final de 30 dias. As amostras armazenadas na temperatura de refrigeração e ambiente tiveram comportamento semelhante, com expressiva redução da cor entre 10 e 20 dias. Todas as três amostras apresentaram valores parecidos de cor no final de 30 dias de estocagem.

A perda de cor na amostra a temperatura ambiente pode ser devido aos mesmos fatores que levaram a redução da cor na formulação com adição de açúcar. A amostra a temperatura de refrigeração apresentou menor turbidez em relação as outras amostras, que apresentaram valores semelhante entre elas de acordo com a Tabela 16.

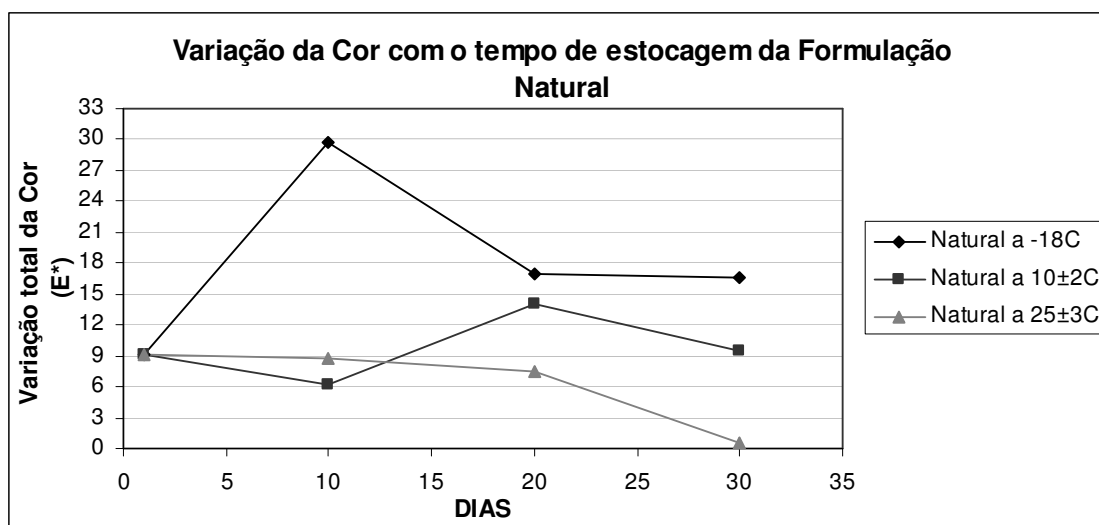


Gráfico 11 - Variação da cor da Formulação Natural armazenada a diferentes temperaturas com o tempo.

De acordo com o Gráfico 11 houve variação da cor nas três diferentes temperaturas ao longo do tempo de estocagem de 30 dias. Houve um aumento expressivo da cor na formulação armazenada na temperatura de congelamento nos 10 primeiros dias, com diminuição desta nos 10 dias posteriores, mas mantendo seu valor superior ao valor inicial, sendo este praticamente constante ao final de 30 dias. O aumento da cor ao longo do tempo de estocagem pode ser devido a ação do ascorbato de sódio e do SO_2 que possuem propriedades antioxidantes para manutenção da cor, como também redução da acidez neste período.

Nas amostras armazenadas a temperatura de refrigeração e ambiente houve uma pequena redução da cor nos 10 primeiros dias, sendo que na amostra refrigerada houve aumento da cor até 20 dias, com redução no final de 30 dias ao valor próximo ao inicial. A amostra armazenada a temperatura ambiente apresentou uma maior diminuição no valor da alteração da cor ao longo de 30 dias. Possivelmente devido às mesmas alterações físico-químicas ocorridas nas formulações com açúcar e edulcorante, ocasionando uma maior turbidez da amostras, de acordo com a Tabela 16.

Tabela 16 – Turbidez das formulações com e sem Açúcar e edulcorantes armazenadas em três diferentes temperaturas no tempo de estocagem de 30 dias.

Amostras	Natural -18 °C	Natural 10±2 °C	Natural 25±3 °C	edulcor ante -18 °C	Edulco- rante10 ±2 °C	Edulco- rante 25±3 °C	Açúcar -18 °C	Açúcar 10±2 °C	Açúcar 25±3 °C
Turbi- dez (HÁ- ZE)	72,64	75,91	78,92	74,48	59,65	73,37	78,33	77,96	80,58

Houve diferença na cor determinada via aparelho com o tempo de estocagem nas três formulações, no entanto esta diferença não foi perceptível sensorialmente na bebida pronta pelos provadores durante as análises sensoriais aplicadas.

5.2.11 – DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS TOTAIS.

Tabela 17 - Teor de lipídios total (%) nas formulações Açúcar, Edulcorante e Natural com o tempo de estocagem, em três diferentes temperaturas.

Formulações	Tempo de Estocagem (dias)	Temperatura de armazenamento		
		-18 °C	10 ±2 °C	25 ±3 °C
Açúcar	1	0,092	0,092	0,092
	10	0,232	1,327	0,144
	20	0,452	0,509	0,481
	30	0,087	0,198	0,222
Edulcorante	1	0,158	0,158	0,158
	10	0,358	0,360	0,374
	20	0,773	0,651	0,600
	30	0,484	0,421	0,372
Natural	1	1,029	1,029	1,029
	10	1,341	1,045	1,003
	20	0,490	0,679	0,650
	30	0,585	0,240	0,218

Tabela 18 – Resultados obtidos por ANOVA – Variação do teor de Lipídios totais.

ANOVA -Esquema de parcelas subdivididas no tempo (Split-plot)					
Fonte	gl	SQ	SQM	F	p-valor
Formulação, R	2	1,39	0,70	12,39	1,932%
Temperatura de estocagem (T°C), A	2	0,08	0,04	0,69	55,153%
Resíduo, AR	4	0,22	0,06		
Total, AR	8	1,70	0,21		
Tempo de estocagem (dias), B	3	0,74	0,25	1,31	31,639%
Interação, BxR	6	1,35	0,23	1,19	37,245%
Interação, AxR	6	0,20	0,03	0,18	97,782%
Resíduo	12	2,27	0,19		
Total	35	4,57			

Pelos dados apresentados na Tabela 18 com delineamento Split-plot, houve variação significativa entre os teores de lipídeos quanto ao tipo de formulação, mas, no entanto não houve variação significativa com relação à temperatura de estocagem, o tempo de estocagem ou suas interações.

Houve grande variação no teor de lipídios nas amostras possivelmente devido ao fato deste não se distribuírem uniformemente, assim como a cafeína presente (provavelmente devido ao fato de uma parte dela se encontrar parcialmente insolúvel nas amostras devido a estocagem principalmente a baixa temperatura), o que gerou variação no lote durante o tempo de estocagem, gerando resultados bem variados na análise, como se pode notar na Tabela 17.

O café solúvel comercial apresenta normalmente 0,02% de lipídeos em base seca. Assim, como o extrato líquido concentrado de café possui baixo teor de lipídeos, o que torna inviável a utilização do método de Soxhlet em nível laboratorial, o método utilizado também não pode ser considerado totalmente preciso devido a interação da cafeína presente na amostra com o clorofórmio, (um dos solventes utilizados no método). Mesmo desconsiderando o teor de cafeína não há precisão do valor real, pois não é possível saber a

quantidade de cafeína retirada pelo solvente da amostra analisada e como a determinação de cafeína por cromatografia não foi precisa, não foi possível também determinar o teor de lipídeos por diferença entre eles.

5.3 – ANÁLISES CROMATOGRÁFICAS

5.3.1 – CONCENTRAÇÃO DE ÁCIDO CLOROGÊNICO E CAFEÍNA DETERMINADO POR HPLC

Tabela 19 – Concentração de ácido Clorogênico (g/L) presente nas três formulações Açúcar, Edulcorante e Natural, armazenada a três diferentes temperaturas por 45 dias.

Formulações	Tempo de Estocagem (dias)	Temperatura de armazenamento		
		-18 °C	10 ±2 °C	25 ±3 °C
Açúcar	1	4,73	4,73	4,73
	15	2,43	4,02	3,68
	30	2,49	2,71	2,49
	45	2,68	2,66	2,26
Edulcorante	1	5,40	5,40	5,40
	15	3,30	5,34	4,76
	30	3,34	3,50	2,61
	45	5,20	3,34	2,34
Natural	1	4,92	4,92	4,92
	15	3,38	5,29	4,62
	30	2,94	2,64	3,23
	45	4,83	3,18	1,94

O ácido clorogênico é um dos principais compostos químicos do café, presente tanto no grão verde quanto no torrado, sendo neste em menor quantidade. Correspondem a um grupo de compostos que quimicamente são definidos como ésteres de ácido quínico com um ou mais resíduos de ácidos cinâmicos. Sua decomposição acarreta o aumento do teor de

ácido quínico, com reação com os carboidratos e açúcares presentes há a formação de ácido acético, fórmico, glicólico e láctico (MAIER et al, 2000)

Uma pequena parte do ácido clorogênico normalmente se encontra isomerizado e ligado as melanoidinas, mas grande parte se encontra hidrolisado que pode ser isomerado e sofrer lactonização, formando as lactonas do ácido mono-hidroxicinamoil-quínico, que contribuem para o sabor amargo do café. (GINZ, 2001; citado em ILLY e VIANI, 2005).

A redução do teor de ácido clorogênico nas amostras mostra que houve degradação deste, com possível formação de ácidos pela reação com os açúcares presentes nas amostras, como também pode ter ocorrido formação de lactonas, pois houve decréscimo da qualidade sensorial da bebida com o tempo.

As amostras com adição de edulcorante e natural apresentaram aumento das concentrações dos ácidos clorogênicos nas amostras armazenadas a temperatura de refrigeração e congelamento ao final de 45 dias de estocagem.

Tabela 20 – Concentração de Cafeína (g/L) presente nas três formulações: Açúcar, Edulcorante e Natural, armazenada a três diferentes temperaturas por 45 dias.

Formulações	Tempo de Estocagem (dias)	Temperatura de armazenamento		
		-18 °C	10 ±2 °C	25 ±3 °C
Açúcar	1	16,28	16,28	16,28
	15	8,46	13,61	12,48
	30	8,47	9,41	8,72
	45	9,16	9,12	8,07
Edulcorante	1	17,14	17,14	17,14
	15	11,26	17,73	15,89
	30	11,28	11,83	9,11
	45	17,27	11,33	8,14
Natural	1	16,55	16,55	16,55
	15	10,81	17,75	15,67
	30	10,17	9,14	11,18
	45	15,73	11,13	6,93

A cafeína se encontra associada ao ácido clorogênico presente no café, isto se deve ao fato que os dois compostos são produzidos pela planta durante o amadurecimento dos grãos, como compostos de defesa.

A cafeína presente no café contribui com cerca de 10% do amargor total presente no café, sendo que este apresenta em média 1-2 g/L de bebida pronta. Os altos valores apresentados na Tabela 20 se deve ao fato de se tratar de um extrato líquido concentrado de café com DOR de 1,2, onde há maior concentração da fração aromática como também de outros composto, entre eles a cafeína.

Na formulação contendo açúcar pode-se ver que a cafeína se comportou do mesmo modo que o ácido clorogênico, havendo uma diminuição com o tempo de estocagem, sendo que as maiores concentrações foram das amostras armazenadas a temperatura de refrigeração e ambiente.

Houve grande variação no resultado obtido nas amostras possivelmente devido a cristalização da cafeína no armazenamento das amostras.

5.3.2 – QUANTIFICAÇÃO DOS COMPOSTOS 2-ETIL PYRAZINA E 3-METILBUTANÓICO NAS FORMULAÇÕES DURANTE O TEMPO DE ESTOCAGEM.

Tabela 21 - Concentração de 2-etil pyrazina (µg/mL) presente nas três formulações: Açúcar, Edulcorante e Natural, armazenadas a três diferentes temperaturas por 45 dias.

Formulações	Tempo de Estocagem (dias)	Temperatura de armazenamento		
		-18°C	10 ±2°C	25 ±3 °C
Açúcar	1	27,63	27,63	27,63
	15	13,23	30,98	15,69
	30	14,87	28,27	15,66
	45	16,62	18,78	11,48
Edulcorante	1	27,13	27,13	27,13
	15	24,17	19,90	10,94
	30	43,41	33,54	10,91
	45	28,77	22,97	9,43
Natural	1	35,98	35,98	35,98
	15	17,92	26,76	22,01
	30	27,16	43,51	22,52
	45	19,19	37,74	13,50

O composto 2-etilpyrazina é um composto aromático presente tanto em grãos de cafés verdes quanto torrados. Sua concentração em grãos de café torrado chega a 13,5-16,5 mg/L. Seu aroma é descrito como amêndoa torrada, amêndoas verdes e adocicado, manteiga e rum, em teste de threshold foram sentidas concentrações em água de até 21mg/L a 25°C. (FLAMENT, 2002).

De acordo com os dados apresentados na Tabela 21, a concentração de 2-etilpyrazina diminuiu com o tempo nas três formulações armazenadas a temperatura ambiente,

possivelmente devido as alterações físico-químicas ocorridas nestas formulações, como hidrólises.

Na formulação com açúcar houve redução da concentração da 2-etilpirazina nas três temperaturas de armazenamento, isto possivelmente está ligado a hidrólise do açúcar presente transformando-se em redutor, assim contribuindo possivelmente para a degradação deste composto aromático.

Nas formulações Natural e Edulcorante houve variação na concentração da 2-etilpirazina durante o tempo de armazenamento, mas esta variação não demonstra degradação do composto aromático com o tempo de armazenamento.

Tabela 22 - Concentração do ácido 3-metilbutanóico ($\mu\text{g/mL}$) presente nas três formulações: Açúcar, Edulcorante e Natural, armazenadas a três diferentes temperaturas por 45 dias.

Formulações	Tempo de Estocagem (dias)	Temperatura de armazenamento		
		-18°C	10 $\pm$ 2°C	25 $\pm$ 3 °C
Açúcar	1	5,97	5,97	5,97
	15	2,55	3,65	3,37
	30	2,61	2,86	2,91
	45	2,94	3,03	3,32
Edulcorante	1	4,00	4,00	4,00
	15	3,83	4,27	4,10
	30	3,75	4,02	3,33
	45	4,65	3,77	2,25
Natural	1	4,03	4,03	4,03
	15	3,00	4,00	3,90
	30	3,76	4,05	3,67
	45	3,62	3,74	2,01

O ácido 3-metilbutanóico está presente tanto em café verde quanto torrado, no entanto sua concentração é maior em grãos de cafés torrados, chegando a 21mg/Kg. É o ácido volátil de maior importância com relação sua concentração, pois ele é formado por reações de oxidação dos compostos aromáticos, normalmente aldeídos, formados durante a reação de Maillard. O ácido 3-metilbutanóico se difunde facilmente, em alta concentração apresenta um odor ácido picante, em média concentração apresenta odor de queijo e em baixa concentração odor herbáceo. (FLAMENT, 2002).

Na formulação com açúcar houve redução do teor de ácido 3-metilbutanóico, demonstrando que possivelmente houve redução das reações de oxidação devido a ação dos antioxidantes adicionados. No entanto o mesmo não ocorreu nas outras formulações.

Na formulação com edulcorante houve uma pequena redução na amostra armazenada a temperatura de congelamento até 30 dias, com aumento no final de 45 dias. Nas amostras armazenadas a temperatura de refrigeração e ambiente houve pouca redução na concentração do ácido 3-metilbutanóico até 30 dias de armazenamento, permanecendo a concentração praticamente constante e diminuindo apenas ao final de 45 dias.

Na formulação Natural houve diminuição da concentração do ácido 3-metilbutanóico, nas amostras armazenadas a temperatura de congelamento e ambiente, mas no entanto não houve praticamente alteração a amostra armazenada a temperatura de refrigeração ao longo do tempo de estocagem.

Nas formulações Natural e edulcorante, possivelmente houve ação dos antioxidantes adicionados, pois não houve aumento da concentração do ácido 3-metilbutanóico com o tempo de estocagem.

5.4 - ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS

Foram realizadas análises microbiológicas nos produtos contendo açúcar, edulcorantes e na formulação dita natural, que não possui outros aditivos além dos antimicrobiano e antioxidantes. Analisou-se e determinou-se a presença de bactérias mesófilas, coliformes totais, fungos e leveduras e fungos termorresistentes, durante o período de estocagem de 30 dias.

A análise foi feita no primeiro dia após o processamento, no décimo quinto dia e com 30 dias. Na análise realizada no primeiro dia, as amostras foram consideradas como contagem inicial, considerando todas a mesma temperatura. Durante o tempo de estocagem as amostras foram armazenadas em três diferentes temperaturas (-18°C , $10\pm 2^{\circ}\text{C}$ e $25\pm 3^{\circ}\text{C}$), assim, após 15 dias foi analisada a interferência da variação da temperatura na conservação e tempo de estocagem do produto.

De acordo com as tabelas 23, 24 e 25 abaixo, foram obtidos os seguintes resultados:

Tabela 23 – Resultado das análises microbiológicas realizadas nas amostras em 1 dia de processamento.

Formulações	Coliformes Totais (NMP/mL)	Contagem de bactérias Mesófilas Totais (UFC/mL)	Bolores e leveduras (UFC/mL)	Fungos Termorressistentes (UFC/ 100mL)
Açúcar	< 0,03	10.10^2	< 10	ausente
Edulcorante	< 0,03	$7,2.10^2$	10	ausente
Natural	< 0,03	2.10^2	< 10	ausente

Tabela 24 – Resultado das análises microbiológicas realizadas nas amostras em 15 dias de processamento.

Formulações	Coliformes Totais (NMP/mL)	Contagem de bactérias Mesófilas Totais (UFC/mL)	Bolores e leveduras (UFC/mL)	Fungos Termorressistentes
Açúcar -18 °C	< 0,03	$1,85.10^2$	$< 10^2$	ausente
Açúcar 10±2 °C	< 0,03	$1,95.10^2$	$< 10^2$	ausente
Açúcar 25±3 °C	< 0,03	$7,9.10^2$	$< 10^2$	ausente
Edulcorante -18 °C	< 0,03	5.10^2	$< 10^2$	ausente
Edulcorante 10±2 °C	< 0,03	$7,25.10^2$	$< 10^2$	ausente
Edulcorante 25±3 °C	< 0,03	$1,5.10^3$	$< 10^2$	ausente
Natural -18 °C	< 0,03	3.10^2	$< 10^2$	ausente
Natural 10±2 °C	< 0,03	$1,5.10^2$	$< 10^2$	ausente
Natural 25±3 °C	< 0,03	9.10^1	$< 10^2$	ausente

Tabela 25 – Resultado das análises microbiológicas realizadas nas amostras em 30 dias de processamento.

Formulações	Coliformes Totais (NMP/mL)	Contagem de bactérias Mesófilas Totais (UFC/mL)	Bolores e leveduras (UFC/mL)	Fungos Termorressistentes
Açúcar a -18 °C	< 0,03	2.10^2	$< 10^2$	ausente
Açúcar a 10±2 °C	< 0,03	$1,65.10^2$	$< 10^2$	ausente
Açúcar 25±3 °C	< 0,03	$>10^3$	$< 10^2$	ausente
Edulcorante a -18 °C	< 0,03	$1,5.10^2$	$< 10^2$	ausente
Edulcorante a 10±2 °C	< 0,03	10.10^2	$< 10^2$	ausente
Edulcorante 25±3 °C	< 0,03	$>10^3$	$< 10^2$	ausente
Natural a -18 °C	< 0,03	$2,5.10^2$	$< 10^2$	ausente
Natural a 10±2 °C	< 0,03	4.10^1	$< 10^2$	ausente
Natural 25±3 °C	< 0,03	$1,9.10^2$	$< 10^2$	ausente

A análise de coliformes totais mostrou que o produto está próprio para consumo humano, de acordo com a legislação sanitária. O que mostra também que o produto não apresentou contaminação durante o processamento, ou seja, na produção do extrato ou durante a mistura dos ingredientes e envase.

A formulação contendo edulcorantes apresentou a presença de uma colônia de bolor, provavelmente contaminação durante o processamento, no entanto depois de 15 dias, mesmo estocado a diferentes temperaturas, não foi detectado crescimento de nenhum bolor ou levedura. Isto pode ser devido a presença dos antimicrobianos na formulação, principalmente do SO₂ e do benzoato de sódio.

Na formulação contendo açúcar, houve redução na contagem de bactérias mesófilas em 15 dias, principalmente na formulação armazenada a temperatura de refrigeração (10±2°C) e congelamento (-18°C). Em 30 dias houve pouca variação na contagem de bactérias mesófilas nestas amostras, que mostra que provavelmente a adição de antimicrobianos associado a baixa temperatura contribuiu para a sua boa estabilidade.

Na formulação contendo edulcorante houve redução na contagem de bactérias mesófilas apenas na formulação armazenada a temperatura de congelamento (-18°C), mantendo-se esta praticamente estável na temperatura de refrigeração (10±2°C), que mostra que provavelmente a concentração utilizada dos antimicrobianos não foi eficiente neste caso, pois há a necessidade de se associar uma baixa temperatura para que haja a conservação do produto.

No entanto, a concentração de antimicrobianos adicionada não foi tão eficiente contra as bactérias mesófilas no caso das formulações contendo edulcorante e açúcar quando armazenados a temperatura ambiente, havendo leve crescimento de bactérias, ocasionado a deterioração do produto com o tempo de armazenamento.

Na formulação Natural na qual contém apenas os antimicrobianos e antioxidantes, quando armazenada a temperatura de congelamento ocorreu um pequeno aumento da contagem de bactérias mesófilas até 15 dias após o processamento, mas, no entanto houve redução após 30 dias de processamento, mantendo-se próxima a inicial. A contagem de bactérias mesófilas da formulação armazenada a temperatura de refrigeração foi reduzida

com o passar do tempo, o que mostra que a concentração de antimicrobianos utilizada nestes casos, associada a redução da temperatura contribuiu para a manutenção do produto durante seu armazenamento.

No caso da temperatura ambiente de armazenamento da formulação Natural, nos primeiros 15 dias houve redução da população de bactérias mesófilas, demonstrando a eficiência dos antimicrobianos utilizados, mas no entanto no fechamento de 30 dias podemos observar que esta contagem de bactérias aumenta, o que propõe que a concentração utilizada não foi suficiente para impedir o crescimento microbiano a temperatura ambiente ($25\pm 3^{\circ}\text{C}$), havendo deterioração de alguns produtos embalados.

Não houve germinação de nenhum esporo nas placas na análise de fungos termorresistentes, indicando a não presença destes microrganismos no produto.

6 – ANÁLISE SENSORIAL

6.1 – RESULTADO DO TESTE AFETIVO REALIZADO DURANTE A ANÁLISE SENSORIAL.

Durante as análises sensoriais foi realizado um teste afetivo através da aplicação de questionários aos provadores, onde foi obtido os seguintes dados: 41,25 % tomam uma xícara de café mais de uma vez ao dia e 40% pelo menos uma vez ao dia, 70% consomem café coado como forma de preparo, 87% usam açúcar como forma de adoçar o café sendo que 53,75% preferem o café moderadamente doce, 65% julgam o fator mais importante a ser considerado importante no café é o seu sabor e 86% comprariam um café líquido envasado em embalagem tipo sachê.

6.2 – RESULTADO DAS ANÁLISES SENSORIAIS

Os resultados obtidos pelas análises sensoriais dos extratos concentrados de cafés com adição de açúcar, submetidos à armazenagem a diferentes temperaturas e ao tempo de estocagem de 30 dias, realizadas com consumidores de café, foram avaliados por meio do programa estatístico SAS 9.1 Copyright (2002-2003 by SAS Institute Inc., Cary, NC, USA). A formulação de extrato de café líquido contendo açúcar, armazenada em três diferentes temperaturas, foi analisada comparando as amostras entre si, deste modo avaliando a degradação pelo tempo ao longo de 30 dias e a influência da temperatura na estocagem. O mesmo foi realizado com a formulação de edulcorante.

Nos resultados obtidos pelos provadores foram aplicados cálculos estatísticos e obtidas ANOVAS, e as médias destes resultados foi aplicado o Teste de Tukey.

6.2.1 – COMPORTAMENTO SENSORIAL DA FORMULAÇÃO COM AÇÚCAR, ARMAZENADO A -18°C DURANTE O TEMPO DE ESTOCAGEM.

Tabela 26 – Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com açúcar armazenada a -18°C.

Dias de Estocagem	Atributos Sensoriais			
	AROMA	DOÇURA	SABOR	IMPRESSÃO GLOBAL
1	6,233 ^A	4,766 ^A	5,200 ^A	5,250 ^A
10	5,916 ^A	5,433 ^A	5,500 ^A	5,416 ^A
20	6,033 ^A	5,316 ^A	5,216 ^A	5,550 ^A
30	5,916 ^A	5,450 ^A	5,683 ^A	5,616 ^A

(*) Médias seguidas pela mesma letra na mesma coluna, não apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade.

Pelo resultado obtido no Teste de Tukey a 5% de probabilidade, não foi encontrada diferença significativa entre pelo menos duas amostras nos atributos avaliados ao longo do tempo de estocagem.

6.2.2 – COMPORTAMENTO SENSORIAL DA FORMULAÇÃO COM AÇÚCAR, ARMAZENADO A $10 \pm 2^{\circ}\text{C}$ DURANTE O TEMPO DE ESTOCAGEM

Tabela 27 – Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com açúcar armazenada a $10 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

Dias de Estocagem	Atributos Sensoriais			
	AROMA	DOÇURA	SABOR	IMPRESSÃO GLOBAL
1	6,23 ^A	4,76 ^{AB}	5,20 ^A	5,25 ^{AB}
10	6,11 ^A	5,18 ^{AB}	5,35 ^A	5,53 ^A
20	6,00 ^A	5,40 ^A	5,13 ^A	5,30 ^{AB}
30	5,83 ^A	4,35 ^B	5,50 ^A	4,55 ^B

(*) Médias seguidas pela mesma letra na mesma coluna, não apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade;

(**) Médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna, apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade.

Pelo resultado obtido no teste de Tukey foi possível ver que não houve diferença significativa ao nível de 5% de probabilidade entre as médias das amostras nos atributos Aroma e Sabor ao longo do tempo de estocagem, no entanto nos atributos Doçura e Impressão Global houve diferença. As piores médias foram com 30 dias de estocagem, que mostra que houve alteração no produto com o tempo a esta temperatura.

6.2.3 – COMPORTAMENTO SENSORIAL DA FORMULAÇÃO COM AÇÚCAR, ARMAZENADO A $25 \pm 3^{\circ}\text{C}$ DURANTE O TEMPO DE ESTOCAGEM.

Tabela 28 – Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com açúcar armazenada a $25 \pm 3^{\circ}\text{C}$.

Dias de Estocagem	Atributos Sensoriais			
	AROMA	DOÇURA	SABOR	IMPRESSÃO GLOBAL
1	6,23 ^A	4,76 ^A	5,20 ^A	5,25 ^A
10	5,91 ^A	5,43 ^A	5,50 ^A	5,55 ^A
20	5,76 ^{AB}	5,21 ^A	4,93 ^A	5,21 ^A
30	5,08 ^B	2,46 ^B	2,43 ^B	2,78 ^B

(*) Médias seguidas pela mesma letra na mesma coluna, não apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade;

(**) Médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna, apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade.

Pelo resultado do Teste de Tukey foi possível ver que houve diferença significativa ao nível de 5% de probabilidade em todos os atributos nas amostras da formulação com açúcar armazenada a temperatura ambiente ($25 \pm 3^{\circ}\text{C}$) ao longo do tempo de 30 dias. As médias variaram entre 2,43 a 6,23, que indica que as amostras se classificaram entre gostei ligeiramente e desgostei muito nos atributos avaliados, de acordo com a Tabela 28.

Em 30 dias ocorreram diversas transformações bioquímicas resultantes da degradação do produto por microrganismos, que contribuíram para a redução da qualidade da amostra e sua menor aceitação sensorial, como se pode perceber pelas médias das notas ao final de 30 dias de estocagem.

6.2.4 – COMPORTAMENTO SENSORIAL DA FORMULAÇÃO COM EDULCORANTE, ARMAZENADO -18°C DURANTE O TEMPO DE ESTOCAGEM.

Tabela 29 – Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com edulcorante armazenada a -18°C.

Dias de Estocagem	Atributos Sensoriais			
	AROMA	DOÇURA	SABOR	IMPRESSÃO GLOBAL
1	6,05 ^A	5,90 ^A	5,76 ^A	5,80 ^A
10	5,91 ^A	3,10 ^C	3,33 ^C	3,88 ^C
20	6,13 ^A	4,23 ^B	4,76 ^B	4,96 ^{AB}
30	5,71 ^A	4,00 ^{BC}	4,33 ^B	4,53 ^{BC}

(*) Médias seguidas pela mesma letra na mesma coluna, não apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade;

(**) Médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna, apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade.

Pelo resultado obtido no Teste de Tukey houve diferença significativa ao nível de 5% de probabilidade entre os atributos doçura, sabor e impressão global nas amostras armazenadas a temperatura de congelamento (-18°C) no decorrer do tempo de estocagem. As melhores médias das notas obtidas pelos provadores foram no primeiro dia. A amostra em 10 dias de estocagem apresentou nota pior do que nos 20 e 30 dias de estocagem, isto provavelmente se deve a uma acidez mais elevada, que pode ter contribuído para a presença de compostos amargos do café junto com a presença do sabor amargo residual deixado pela sacarina. Em 20 e 30 dias houve uma redução da acidez, mas o sabor amargo ainda estava presente.

6.2.5 – COMPORTAMENTO SENSORIAL DA FORMULAÇÃO COM EDULCORANTE, ARMAZENADO 10 ±2 °C DURANTE O TEMPO DE ESTOCAGEM.

Tabela 30 – Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com edulcorante armazenada a 10 ±2 °C.

Dias de Estocagem	Atributos Sensoriais			
	AROMA	DOÇURA	SABOR	IMPRESSÃO GLOBAL
1	6,05 ^A	5,90 ^A	5,76 ^A	5,80 ^A
10	5,95 ^A	4,08 ^B	3,70 ^B	3,93 ^B
20	5,91 ^A	3,56 ^B	4,35 ^B	4,56 ^B
30	5,76 ^A	3,43 ^B	3,70 ^B	4,06 ^B

(*) Médias seguidas pela mesma letra na mesma coluna, não apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade;

(**) Médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna, apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade.

Pelo resultado obtido no Teste de Tukey houve diferença significativa ao nível de 5% de probabilidade, entre os atributos Doçura, Sabor e Impressão Global nas amostras em dez dias de estocagem a temperatura de refrigeração, no entanto não houve diferença significativa entre 10 a 30 dias de estocagem. As melhores médias entre as notas obtidas pelos provadores se deram no primeiro dia de estocagem e as piores em 30 dias. Isto mostra que possivelmente a temperatura influiu pouco na conservação do produto com o tempo, pois depois de 10 dias de estocagem o produto manteve suas características.

O atributo Aroma não apresentou diferença significativa com o tempo de estocagem a temperatura de refrigeração, do mesmo modo que não apresentou diferença à temperatura de congelamento, o que mostra que estas temperaturas não influem em sua conservação durante o tempo de estocagem.

6.2.6 – COMPORTAMENTO SENSORIAL DA FORMULAÇÃO COM EDULCORANTE, ARMAZENADO 25 ±3 °C DURANTE O TEMPO DE ESTOCAGEM.

Tabela 31 – Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com edulcorante armazenada a 25 ±3°C.

Dias de Estocagem	Atributos Sensoriais			
	AROMA	DOÇURA	SABOR	IMPRESSÃO GLOBAL
1	6,05 ^A	5,90 ^A	5,76 ^A	5,80 ^A
10	5,65 ^{AB}	3,00 ^C	3,30 ^C	3,68 ^B
20	5,81 ^{AB}	4,51 ^B	4,36 ^B	4,63 ^C
30	5,08 ^B	2,46 ^C	2,43 ^D	2,78 ^D

(*) Médias seguidas pela mesma letra na mesma coluna, não apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade;

(**) Médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna, apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade.

Pelo resultado obtido no Teste de Tukey houve diferença significativa ao nível de 5% de probabilidade com o tempo em todos os atributos avaliados. A melhor média das notas dadas pelos provadores foi no primeiro dia e a pior em 30 dias de armazenamento. Esta diferença possivelmente foi devido a uma maior degradação sofrida pelo produto devido a temperatura de estocagem, onde houve queda do pH e aumento da acidez, havendo degradação dos compostos aromáticos como também, possivelmente a formação de compostos indesejáveis. Acima de 30 dias houve o degradação da amostra.

6.2.7 – COMPARAÇÃO ENTRE AS AMOSTRAS DA FORMULAÇÃO COM AÇÚCAR DURANTE O TEMPO DE ARMAZENAMENTO DE 10, 20 e 30 DIAS EM TRÊS DIFERENTES TEMPERATURAS.

Tabela 32 - Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com açúcar armazenada há 10 dias.

Temperaturas de Estocagem	AROMA	DOÇURA	SABOR	IMPRESSÃO GLOBAL
-18°C	5,95 ^A	5,51 ^A	5,57 ^A	5,62 ^A
10 ±2°C	6,03 ^A	5,17 ^A	5,27 ^A	5,62 ^A
25 ±3°C	5,97 ^A	5,48 ^A	5,58 ^A	5,45 ^A

(*) Médias seguidas pela mesma letra na mesma coluna, não apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade;

Tabela 33 - Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com açúcar armazenada há 20 dias.

Temperaturas de Estocagem	AROMA	DOÇURA	SABOR	IMPRESSÃO GLOBAL
-18°C	5,85 ^A	4,83 ^B	4,81 ^A	5,03 ^A
10 ±2°C	5,86 ^A	5,31 ^{AB}	5,08 ^A	5,25 ^A
25 ±3°C	5,86 ^A	5,45 ^A	5,21 ^A	5,03 ^A

(*) Médias seguidas pela mesma letra na mesma coluna, não apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade;

(**) Médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna, apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade

Tabela 34 - Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com açúcar armazenada há 30 dias.

Temperaturas de Estocagem	AROMA	DOÇURA	SABOR	IMPRESSÃO GLOBAL
-18°C	5,45 ^A	4,61 ^A	4,73 ^A	4,75 ^A
10 ±2°C	6,03 ^A	4,40 ^A	4,55 ^A	4,60 ^{AB}
25 ±3°C	5,45 ^A	3,41 ^B	3,50 ^B	3,80 ^B

(*) Médias seguidas pela mesma letra na mesma coluna, não apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade;

(**) Médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna, apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade

De acordo com as Tabelas 32, 33 e 34, as médias das notas em cada atributo diminuíram com o tempo de estocagem, demonstrando a perda da qualidade da amostra e alteração nas suas características, principalmente quanto a acidez e pH.

Pelo resultado obtido no Teste de Tukey, houve diferença significativa ao nível de 5% de probabilidade entre as amostras armazenadas em três diferentes temperaturas nos atributos Doçura, Sabor e Impressão Global avaliados sensorialmente ao longo do tempo. Em 10 dias de estocagem não houve diferença significativa em nenhum atributo avaliado. Em 20 dias, o atributo Sabor apresentou diferença significativa, e em 30 dias houve diferença significativa entre os atributos Doçura, Sabor e Impressão Global entre as amostras.

As amostras estocadas a temperatura de refrigeração praticamente não diferiram das amostras congeladas nos atributos sensoriais analisados durante o tempo de estocagem, sendo viável o armazenamento da formulação contendo açúcar a esta temperatura.

No tempo de estocagem de 30 dias houve diferença sensorial na amostra armazenada a temperatura de 25 ±3°C, o que era esperado devido as alterações físico-químicas observadas nesta amostra.

6.2.8 – COMPARAÇÃO ENTRE AS AMOSTRAS DA FORMULAÇÃO COM EDULCORANTE DURANTE O TEMPO DE ARMAZENAMENTO DE 10, 20 e 30 DIAS EM TRÊS DIFERENTES TEMPERATURAS.

Tabela 35 – Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com edulcorante armazenada há 10 dias.

Temperatura de Estocagem	AROMA	DOÇURA	SABOR	IMPRESSÃO GLOBAL
-18°C	5,91 ^A	3,16 ^A	3,38 ^{AB}	3,93 ^A
10 ±2°C	5,96 ^A	3,66 ^{AB}	3,86 ^A	4,10 ^A
25 ±3°C	5,63 ^A	2,98 ^B	3,28 ^B	3,66 ^A

(*) Médias seguidas pela mesma letra na mesma coluna, não apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade;

(**) Médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna, apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade.

Tabela 36 – Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com edulcorante armazenada há 20 dias.

Temperatura de Estocagem	AROMA	DOÇURA	SABOR	IMPRESSÃO GLOBAL
-18°C	6,11 ^A	4,20 ^A	4,71 ^A	4,91 ^A
10 ±2°C	5,91 ^A	4,08 ^A	4,36 ^A	4,56 ^A
25 ±3°C	5,88 ^A	4,51 ^A	4,35 ^A	4,65 ^A

(*) Médias seguidas pela mesma letra na mesma coluna, não apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade;

Tabela 37 – Médias obtidas das amostras e sua comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade para a formulação com edulcorante armazenada há 30 dias.

Temperatura de Estocagem	AROMA	DOÇURA	SABOR	IMPRESSÃO GLOBAL
-18°C	5,76 ^A	4,05 ^A	4,40 ^A	4,60 ^A
10 ±2°C	5,76 ^A	3,56 ^A	4,01 ^A	4,06 ^B
25 ±3°C	5,13 ^A	2,45 ^B	2,41 ^B	2,75 ^C

(*) Médias seguidas pela mesma letra na mesma coluna, não apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade;

(**) Médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna, apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade.

De acordo com os resultados obtidos nas Tabelas 35, 36 e 37, não houve diferença sensorial significativa no atributo Aroma com o tempo e temperatura de estocagem, no entanto os atributos Doçura, Sabor e Impressão Global apresentaram diferença significativa em 10 e 30 dias de estocagem, sendo que durante o período de estocagem a amostra à temperatura de 25 ±3°C apresentou a menor média.

A amostra armazenada a temperatura de congelamento conservou melhor suas características ao longo do tempo de estocagem, em relação as amostras armazenadas nas outras temperaturas.

A baixa aceitação pelo consumidor pode ser devido a acidez da amostra, sendo que houve aumento desta com o tempo de estocagem principalmente nas amostras estocadas a temperatura ambiente.

6.2.9 – AVALIAÇÃO SENSORIAL DA FORMULAÇÃO NATURAL DE EXTRATO DE CAFÉ LÍQUIDO

A formulação Natural foi submetida à avaliação sensorial por uma equipe sensorial treinada da Empresa Daterra Café S.A., sendo esta credenciada pela ABIC. A amostra

analisada tinha 5 dias de produção. Foram avaliados: diluição, sabor e gostos presentes na amostra.

A equipe julgou como sendo boa a proporção utilizada para a diluição de 1:4, notou-se presença de gosto de celulose, normalmente presente em café solúvel. Houve presença de um pequeno teor de adstringência, mas a acidez presente foi satisfatória.

6.3 – COMPARAÇÃO ENTRE O EXTRATO DE CAFÉ PRODUZIDO, O EXTRATO DE CAFÉ COMERCIAL E O CAFÉ COADO.

Tabela 38– Médias obtidas da comparação por TESTE DE TUKEY a 5% de probabilidade entre três tipos de cafés preparados a partir do extrato produzido, do extrato comercial e do café moído.

Cafés	AROMA	COR	SABOR	DOÇURA	IMPRESSÃO GLOBAL
Café coado	5,40 ^A	5,75 ^B	5,36 ^A	5,88 ^A	5,46 ^A
Extrato Comercial	5,63 ^A	6,60 ^A	5,16 ^A	4,90 ^B	5,11 ^A
Extrato produzido	5,35 ^A	7,05 ^A	3,68 ^B	3,73 ^C	4,06 ^C

(*) Médias seguidas pela mesma letra na mesma coluna, não apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade;

(**) Médias seguidas por letras diferentes na mesma coluna, apresentam diferença significativa a 5% de probabilidade.

Pelo resultado obtido no Teste de Tukey houve diferença significativa ao nível de 5% de probabilidade em quase todos os atributos avaliados nas amostras. O café coado apresentou as melhores notas na maioria dos atributos, exceto em no atributo Cor. Não houve diferença significativa entre os cafés no atributo Aroma. O café preparado com o extrato de café comercial e o extrato de café produzido no trabalho se diferenciaram em relação aos atributos: Sabor, Doçura e Impressão Global, isto provavelmente se deve ao

menor D.O.R. (1,2) do extrato produzido no trabalho em comparação ao extrato comercial que possui um D.O.R. maior (2,0 - 2,5).

O café preparado com o extrato comercial não se diferiu do café coado em relação ao atributo Aroma, Sabor e Impressão Global, possivelmente por possuírem teores de acidez próximos.

7 - CONCLUSÃO

- A elaboração das formulações se mostrou adequada microbiologicamente, pois não apresentou crescimento de coliformes, nem de fungos durante o período de estocagem, mostrando que os antimicrobianos adicionados foram adequados para evitar o crescimento de microrganismos no produto.
- As três formulações, (Açúcar, Edulcorante e Natural), sofreram reações de degradação quando armazenadas a temperatura ambiente ($25\pm 3^{\circ}\text{C}$), com produção de ácidos e provável hidrólise de alguns compostos presentes, com alteração da cor e sabor, o que tornou o produto pior com o tempo de estocagem. Assim sendo, a temperatura é um fator que interfere muito na vida útil do produto, sendo que as concentrações de antioxidantes utilizadas foram insuficientes para a preservação da sua qualidade a temperatura ambiente.
- O comportamento das formulações testadas se mostrou instáveis durante o tempo de armazenamento de 30 dias, tanto com relação as suas propriedades físico-químicas, como também as suas propriedades sensoriais.
- As temperaturas de estocagem do extrato líquido concentrado de café, provavelmente devido as suas características físico-químicas e os métodos aplicados para suas determinações, não foi possível obter uma homogeneidade na determinação de alguns de seus componentes, como lipídeos, cafeína e ácido clorogênico como pôde ser observado nos resultados obtidos. Como os lipídeos foram determinados pelo método de Bligh Dyer, que mostrou impreciso devido a interação da cafeína com um dos reagentes e do resultado foi deduzida a quantidade de cafeína, sendo que esta se mostrou variável devido ao método de amostragem realizado na análise cromatográfica.
- O teor de antioxidantes utilizado foi muito baixo para preservar o produto. Uma vez que o extrato líquido concentrado seria diluído 5 vezes ao ser consumido, permitiria uma concentração cinco vezes maior, tanto de SO_2 quanto de ascorbato. Nos produtos

congelados e refrigerados não houve diferença significativa no aroma dos produtos, mas sim no sabor, sendo que, a maior degradação ocorreu à temperatura ambiente.

- As amostras congeladas não se modificaram significativamente durante o tempo de estocagem, com relação aos seus aspectos sensoriais de sabor e aroma, praticamente o mesmo pode ser concluído para as formulações armazenadas a temperatura de refrigeração.
- As formulações avaliadas neste trabalho não foram bem aceitas pelos provadores, ficando a maioria delas entre “gostei ligeiramente” e “nem gostei, nem desgostei”, numa escala hedônica de 9 pontos, onde 9 é gostei extremamente e 1 é desgostei extremamente. Na comparação com o café coado comum e o extrato comercial, houve uma menor aceitação nos atributos avaliados. A baixa aceitação sensorial provavelmente foi devida ao baixo DOR utilizado (1,2), levando a um maior amargor e maior acidez (GINZ, 2001; citado em ILLY e VIANI, 2005), que possivelmente foram as causas da rejeição das bebidas.
- Pelos resultados obtidos, foi possível constatar que a fração aromática, em alta dosagem, retirada na extração com um baixo DOR, além de conter alto teor de aroma contém também outros compostos em concentrações acima da esperada (acidez e amargor). Seria interessante fazer testes com valores de DOR maiores que o utilizado no experimento, pois além do DOR 1,2 ser um valor baixo, resulta num menor rendimento de extração, deixando de extrair compostos que poderiam melhorar a qualidade e equilíbrio sensorial, tanto do produto recém extraído como ao longo do tempo de estocagem.
- O extrato de café líquido é uma matéria prima muito interessante, sendo necessário um estudo mais aprofundado para determinar as transformações que ocorrem com o tempo e as temperaturas de estocagem. Quais compostos são formados ou degradados, levando as transformações físico-químicas ocorridas.

8 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABIC. Associação Brasileira da Indústria de Café. A história do Café – Origem e Trajetória. Disponível em: <http://abic.com.br/safe_historia.html>. Acesso em: 25 jun. 2009.

ABIC. Associação Brasileira da Indústria de Café. O café solúvel – futuro da cafeicultura. Disponível em: <<http://abic.com.br>>. Acesso em: 27 jul. 2009.

APHA – American Public Health Association, **Compendium of Methods for the Microbiological Examination of Foods**, 4th Edition, Washington, DC, 2001, 676p.

ARAUJO, J. M. A, Conservadores químicos em alimentos. **Boletim SBCTA**, Campinas, 24 (3/4): 192-210, Jul./dez. 1990.

ARAUJO, J. M. A.. Química de Alimentos - Teoria e Prática, terceira edição, Editora UFV. 2004. Viçosa- MG

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official Methods of Analysis of A.O.A.C.** International 16 ed. V II, cap 42, 1997: Vegetable, products, processed.

BANKS, M., MCFADDEN, C., & ATKINSON, C. **The world encyclopedia of coffee**. London: Anness Publishing Limited. 1999.

BELITZ, D. H.; GROSCH, W. **Food Chemistry**; Springer-Verlag: Berlin, Germany, 1987.

BRASIL. Ministério da Saúde. Secretaria de Vigilância Sanitária. Portaria no. 318 de 24 de novembro de 1995. Aprova o uso de Sucralose com a função de edulcorante em alimentos e bebidas dietéticas; **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, no. 227, p.194061, 28 nov. 1995.

BRASIL. Portaria nº377, de 26 de abril de 1999. Estabelece normas para fixar a identidade e as características mínimas de qualidade do café torrado em grão e café torrado e moído.

Diário Oficial. [Republica Federativa do Brasil], Brasília. 29 abr. 1999, seção 1, n 80-E.

CAETANO, M. Ciclamato. *In: Edulcorantes e Adoçantes em Alimentos: Ciclo de Debates*, Campinas, ITAL, 1990, p.19-25.

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

CARDELLO, H. M. A. B.; DAMÁSIO, M. H. Edulcorantes e suas características. Revisão. **Boletim SBCTA**, v. 31, n. 2, p. 241-248, jul/dez, 1997.

CLARKE, R. J. Extraction. In **Coffee, Vol. 2: Technology**, 1st ed.; Clarke R. J., Macrae R., Eds.; Elsevier Applied Science: London, U.K., 1987; pp 109-145.

CLARKE, R. J.; VITZTHUM, O. G.; **Coffee Recent Developments.** Oxford: Blackwell, 2001. 257p.

CLIFFORD, M. N.. Chlorogenic acids. In: R. J. Clarke, R. Macrae (Eds.), **Coffee, Vol1: Chemistry** (pp. 153–202). London: Elsevier Applied Science. 1985.

EHLERS, G. M. Possible applications of enzymes in coffee processing. In **Proceedings of 9th International Colloquium on the Chemistry of Coffee**; ASIC: Paris, 1980; pp 267-271.

EGGERS R.; JAEGER, P. T.. Extraction Systems, **Technische Universität Hamburg-Harburg**, Hamburg, Germany, 2003.

FENNEMA, O. R.. **Food Chemistry**, 3ª edição, editora Board,1996.

FLAMENT, I; Coffee Flavor Chemistry, **Formely of Firmenich SA**, Geneva, Suíça: Wiley, 2002. 410p.

FRANÇA, A. S.; OLIVEIRA, L.S.; BORGES, M.L.A.; VITORINO, M.D. Evolução da composição do extrato aquoso de café durante o processo de torrefação. **Revista Brasileira de Armazenamento, Especial café**, n. 2, p.37-47, 2001

FRIEDMAN, M. Food browning and its prevention: an overview. *J. Agric. Food Chemistry*, 44, 631-653. 1996.

FUJIOKA, K.; SHIBAMOTO, T. Chlorogenic acid and caffeine contents in various commercial brewed coffees. **Food Chemistry**, v. 106, p. 217-221, 2008.

GAVA, A. J.. Emprego de conservadores em alimentos. Boletim **SBCTA**, Campinas, 18 (3):183-194,jul./set. 1984.

HOMMA, S.; MURATA, M. Characterization of metal-chelating compounds in instant coffee. In **Sixieme Colloque Scientifique International sur le Cafe´**. Association Scientifique International du Cafe´: Kyoto, Japan, 1995; pp 183-191.

ILLY, A. & VIANI, R. **Espresso Coffee - The Chemistry of Quality**; Academic Press: London, 1995; Chapters 1,5-7.

ILLY, A & VIANI, R; **Espresso Coffee: The Science of Quality**. 2ed. Amsterdan: Elsevier, 2005. 398p.

KEMP, S.E. Low calorie sweeteners . **Optimising sweet taste in foods**. Kemps Research Solutions Ltda, U K, 2006.

PACKERT, A. PhD Thesis. University of Hamburg, Germany, 1993

PETRACCO, M.. Beverage preparation: brewing trends for the new millennium. In R. J. Clarke, & O. G. Vitzthum (Eds.), **Coffee recent developments** (p. 140). Oxford: Blackwell Science. (2001).

PIMENTA, C, J; **Qualidade de Café**. Lavras, Minas Gerais, Brasil: Universidade Federal de Lavras, 2003. 304p.

MAIER, H. G. Linkage of flavor compounds to the coffee powder matrix (German). In **Proceedings of 7th International Colloquium on the Chemistry of Coffee**; ASIC: Paris, 1975; pp 211-219.

MAIER. H.G.; GINZ, M.; BALZER, H. H.; BRADBURY, A. G. W. .Formation of aliphatic acids by carbohydrate degradation during roasting coffee. **European Food Research and Technology**, v.211, p.404-410, 2000.

MAIER, H. G.; ENGELHARDT, U. H.; SCHOLZE, A. SAUREN DES KAFFEES IX Mitt Zunahme beim Warmhalten des Getrãnks. Dtsch. Lebensm.- Rundsch. 1984, 80, 265–268.

MAZZAFERA, P.; Chemical composition of defective coffee beans. **Food Chemistry**, 64. 1999.

MENDES, L. C. Estudos para determinação das melhores formulações de *blends* de café arábica (*C. arábica*) com café robusta (*C. canephora* Conilon) para uso no setor de cafés torrados e moídos espresso. Tese doutorado – Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia de Alimentos. Campinas, SP 2005.

MORAIS, S. A.L.; AQUINO, F. J. T.; CHANG, R.; NASCIMENTO E. A.; OLIVERIA, G. S.; SANTOS, N. C. Análise química de café arábica (*Coffea arabica*) e grãos pretos, verdes e ardidos (PVA) submetidos a diferentes graus de torração. **Coffee Science, Lavras**, v. 2, n. 2, p. 97-111, jul./dez. 2007.

NABORS, L. B.; GELARDI, R. C. **Alternatives sweeteners**. New York: Marcel Dekker, 1986. 335p.

NABORS, L. B.; GELARDI, R. C. **Alternatives sweeteners**. Second edition, revised and expanded. New York: Marcel Dekker, 1991. 447p.

NICOLI, M. C.; ANESE, M.; MANZOCCO, L.; LERICI, C. R. Antioxidant properties of coffee brews in relation to the roasting degree. **Lebensm.-Wiss. Technol.** **1997**, *30*, 292-297.

NUNES, F. M.; COIMBRA, M. A.; DUARTE, A. C.; DELGADILLO, I. Foam Ability, Foam Stability and Chemical Composition of Espresso Coffee as Affected by the Degree of Roast. **J. Agric. Food Chem.**, *45*, 3238-3243, **1997**.

NUNES, F. M., AND COIMBRA, M. A.. Chemical Characterization of the High Molecular Weight Material Extracted with Hot Water from Green and Roasted Arabica Coffee. **J. Agric. Food Chem.**, *49* (4), 1773-1782, 2001.

PÉREZ-MARTÍNEZ ,M. , SOPELANA, PEÑA, P. M. P., CID,C. Efects of refrigeration and oxygen on the coffee brew composition. **Euro Food Res Techno** , 227:1633–1640. 2008

REYMOND, D. Use of analytical criterions for the definition of coffee brew quality (French). **In Proceedings of 10th International Colloquium on the Chemistry of Coffee**; ASIC: Paris, 1982; pp 159-175.

REVISTA ADITIVOS E INGREDIENTES. Sorbatos: Conservantes Modernos para alimentos. Novembro/Dezembro, 1999- nº5. p. 24-34.

RIBANI, Marcelo et al . Validação em métodos cromatográficos e eletroforéticos. Química. Nova, São Paulo, v. 27, n. 5, out. 2004. Disponível em: <http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S010040422004000500017&lng=pt&nrm=iso>. acessos em 21 jan. 2010. doi: 10.1590/S0100-40422004000500017.

SLOAN, A.E. Top 10 global foods trends. **Food Technology**, v. 59, n.4, p. 20-32,2005.

WILD. S.; ROGLIC. G.; GREEN. A.; SICREE.R.; KING.H. Global prevalence of diabetes estimates for year 2000 and projection for 2030. **Diabetes care** V.27, p 1047-1053, 2004.

ZAMBOLIM, L. **Café: Produtividade, Qualidade e Sustentabilidade**. Viçosa, Minas Gerais, Brasil: Universidade Federal de Viçosa, 2000. 396p.

<www.revistacafeicultura.com.br> **Como é produzido o café solúvel – 2006** site acessado em 27/11/2008.

ANEXOS

1- ANÁLISE SENSORIAL

1.1- TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

O Termo de consentimento foi dado ao provador antes da realização da análise sensorial como norma do Comitê de Ética, segue abaixo o modelo:

TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

Você está sendo convidado a participar do projeto de pesquisa DESENVOLVIMENTO DE TECNOLOGIA PARA ESTABILIZAÇÃO FÍSICA, SENSORIAL E MICROBIOLÓGICA DE EXTRATO LÍQUIDO CONCENTRADO DE CAFÉ COM E SEM ADIÇÃO DE AÇÚCAR E EDULCORANTES EM SACHES. Onde foi desenvolvido um extrato de café com e sem adição de açúcar e edulcorantes (adoçantes). Você será avaliado, através de um questionário aplicado no local da análise, pelo pesquisador, onde será analisada sua preferência por café solúvel e sua frequência de consumo. Os objetivos deste estudo é avaliar a aceitação, em nível de consumidor, o produto: café solúvel líquido embalado em sache, como também sua vida de prateleira.

Sua participação é voluntária e não obrigatória, sendo que a qualquer momento você pode desistir de participar e retirar seu consentimento. Sua recusa em participar do projeto não trará nenhum prejuízo em sua relação com o pesquisador ou com a Unicamp ou com o Departamento de Tecnologia de Alimentos.

Sua participação consistirá em provar a bebida café e avaliá-la quanto ao sabor, aroma, doçura e impressão global. Se você possui algum problema de saúde que impossibilite o consumo de café com e sem açúcar e que contenha edulcorantes, deverá informar ao pesquisador e não deverá participar desta análise sensorial.

Não há riscos para sua saúde e bem estar relacionados a sua participação no projeto, sua participação trará uma grande contribuição a pesquisa e desenvolvimento do produto, pois com ela poderemos avaliar se o extrato líquido de café produzido apresenta características sensoriais adequadas, como também suas alterações sensoriais com o tempo.

As informações obtidas através desta pesquisa serão confidenciais e asseguramos o sigilo sobre sua participação. Sua identidade não será revelada, sendo o provador identificado por um número.

Você receberá uma cópia deste termo onde consta o telefone e o endereço institucional do pesquisador e do CEP (Comissão de Ética em Pesquisa), podendo tirar dúvidas sobre o projeto e sua participação, agora ou a qualquer momento.

Pesquisador - Carlyne Bitencourt Faria

Departamento de Tecnologia de Alimentos – FEA/Unicamp
Telefone: (019) 3521 4006
CEP(Comissão de Ética em Pesquisa) – Unicamp
Rua Tessália Vieira de Camargo, 126
13084-971 - Campinas – SP
Telefone: (019) 3521-8936

Declaro que entendi os objetivos, riscos e benefícios de minha participação na pesquisa e concordo em participar

participante

1.2 - FICHAS SENSORIAIS APLICADAS

1.2.1 – FICHAS SENSORIAIS APLICADAS NOS TESTES DE ORDENAÇÃO

Nome_____ Idade_____ Data_____		
Por favor, prove e avalie da esquerda para a direita cada umas das três amostras de café com diferentes teores de açúcar e as ordene em ordem crescente de preferência.		
_____	_____	_____
MENOS preferida		MAIS preferida
Comentários: _____		

Nome_____ Idade_____ Data_____		
Por favor, prove e avalie da esquerda para a direita cada umas das três amostras de café com diferentes edulcorantes e as ordene em ordem crescente de preferência.		
_____	_____	_____
MENOS preferida		MAIS preferida
Comentários: _____		

1.2.2 - FICHAS APLICADAS NA PRIMEIRA ANÁLISE SENSORIAL REALIZADA.

Nome _____ Data _____

Você está recebendo uma amostra de café com açúcar, por favor, prove a amostra, e de acordo com os atributos abaixo, a avalie utilizando a escala :

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

AROMA

Amostra	Nota
_____	_____

DOÇURA

Amostra	Nota
_____	_____

SABOR

Amostra	Nota
_____	_____

IMPRESSÃO GLOBAL

Amostra	Nota
_____	_____

Nome _____ Data _____

Você está recebendo uma amostra de café com adoçante (edulcorantes), por favor, prove a amostra, e de acordo com os atributos abaixo, a avalie utilizando a escala :

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

AROMA

Amostra	Nota
_____	_____

DOÇURA

Amostra	Nota
_____	_____

SABOR

Amostra	Nota
_____	_____

IMPRESSÃO GLOBAL

Amostra	Nota
_____	_____

1.2.3 - FICHAS APLICADAS EM 10, 20 E 30 DIAS DE ARMAZENAMENTO DAS AMOSTRAS COM ADIÇÃO DE AÇÚCAR E EDULCORANTE

Nome _____ Data _____

Você está recebendo uma amostra de café com adição de açúcar, por favor, prove a amostra da esquerda para a direita, e de acordo com a escala abaixo, avalie os atributos presentes na tabela.

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

Amostras	Aroma	Sabor	Doçura	Impressão Global

Nome _____ Data _____

Você está recebendo uma amostra de café com adição de adoçantes (edulcorantes), por favor, prove a amostra da esquerda para a direita, e de acordo com a escala abaixo, avalie os atributos presentes na tabela.

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

Amostras	Aroma	Sabor	Doçura	Impressão Global

1.3 – QUESTIONÁRIO APLICADO DURANTE AS ANÁLISES SENSORIAIS.

Nome _____ Idade _____ Sexo: () F () M

Marque um **X** à resposta que mais se aplique ao seu caso.

1- Qual a frequência que você consome café?

- () Nunca () Uma vez por dia
() Uma vez por mês () Mais de uma vez por dia
() Uma vez por semana

2- Qual tipo de café você mais **consome**?

- () Café coado () Cappuccino
() Café expresso () Café descafeinado
() Café solúvel () Café com leite

3- O que você usa para adoçar seu café?

- () Açúcar () Nada
() Adoçante () Outro (especifique _____)

4- Qual a intensidade de doçura você prefere?

- () Muito doce () Levemente doce
() Moderadamente doce () Sem doce

5- Qual atributo da bebida café você julga mais importante ao consumi-la? **Ordene de 1 a 6**, sendo 1 o fator mais importante e 6 o menos importante.

- () Temperatura () Aroma
() Concentração (forte ou fraco) () Cor
() Sabor () Teor de cafeína

6- O que você leva mais em consideração quando compra um café? **Ordene de 1 a 5**, sendo 1 o fator mais importante e 5 o menos importante.

- () Preço () Praticidade
() Marca () Embalagem
() Qualidade

7- Você compraria um sachê contendo café concentrado líquido que fosse necessário apenas a adição de água para seu preparo?

- () Sim
() Não

Se não, por quê?