

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA AGRÍCOLA**



**PROCESSO DE OBTENÇÃO DE INULINA
DE CHICÓRIA (*Cichorium intybus*) EM PÓ**

REGINA ISABEL NOGUEIRA
Engenheira de Alimentos

Prof. Dr. KIL JIN PARK
Orientador

Prof. Dr. SYLVIO LUIS HONÓRIO
co-orientador

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia Agrícola da Universidade Estadual de Campinas,
em cumprimento parcial aos requisitos para a obtenção do título de Doutor em Engenharia
Agrícola, na área de concentração em Tecnologia Pós-Colheita.

**Campinas - SP
Janeiro de 2002**

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

N689p Nogueira, Regina Isabel
Processo de obtenção de inulina de chicória
(*Cichorium intybus*) em pó / Regina Isabel Nogueira. --
Campinas, SP: [s.n.], 2002.

Orientador: Kil Jin Park e Sylvio Luis Honório.
Tese (doutorado) - Universidade Estadual de
Campinas, Faculdade de Engenharia Agrícola.

1. Secagem em spray. 2. Atomização. 3.
Microencapsulação. 4. Reologia. 5. Alimentos-atividade
da água. 6. Microestrutura. I. Park, Kil Jin. II. Honório,
Sylvio Luis. III. Universidade Estadual de Campinas.
Faculdade de Engenharia Agrícola. IV. Título.

DEDICO

à minha amada filha *Rafaela*

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus por ter me dado saúde e força para desenvolver e concluir este trabalho.

À EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA pela oportunidade e apoio financeiro.

Ao Prof. Dr. Kil Jin Park pela orientação sempre presente e amizade sincera.

À Estela Deyrmendjian pela importante participação durante o desenvolvimento do trabalho experimental.

Ao Engenheiro Agrícola Fernando Pedro Reis Brod pela amizade e importante contribuição na confecção da tese.

Ao CPQBA/UNICAMP, através da Engenheira Agrônoma Glyn Mara Figueira pela contribuição no início com o plantio e colheita da chicória, e ao Químico Adilson Sartonato pela realização das análises de cromatografia necessárias à detecção do teor de inulina.

À Companhia LORENZ pelo fornecimento dos amidos para a formulação e preparo do produto em pó.

Ao Instituto de Tecnologia de Alimentos pela utilização da Planta Piloto e análises de laboratório.

À Faculdade de Engenharia de Alimentos (FEA), pela utilização da Planta Piloto, do Laboratório de Medidas Físicas e do “Spray Dyer” do laboratório do Departamento de Ciências.

À Angela, ex técnica do laboratório de medidas físicas da FEA, pela cooperação e treinamento durante o desenvolvimento da etapa de Reologia.

À Engenheira de Alimentos Andrea Barbosa Santos pela contribuição durante a secagem.

À EMBRAPA/Informática Agropecuária pelo escritório cedido durante minha estadia na UNICAMP, contribuindo ao bom desempenho acadêmico.

Ao Dr. Itamar Soares de Mello e Rosely dos Santos Nascimento da EMBRAPA/Meio Ambiente, pela orientação e cooperação nas análises de imagens do produto em pó.

À EMBRAPA/Agroindústria de Alimentos e pelas análises de composição. Aos amigos Angela Furtado e Sergio Macedo Pontes, pela cooperação nas etapas efetuadas no CTAA.

Aos amigos que torceram pelo meu êxito.

Aos anjos da guarda, pela força espiritual e proteção constante....

MUITO OBRIGADA!!!!!!!!!!

ÍNDICE	
<u>LISTA DE TABELAS</u>	viii
<u>LISTA DE QUADROS</u>	x
<u>LISTA DE FIGURAS</u>	xi
<u>NOMENCLATURA</u>	xiii
<u>RESUMO</u>	xvi
<u>ABSTRACT</u>	xvii
<u>I. INTRODUÇÃO</u>	1
<u>II. OBJETIVOS</u>	3
<u>III. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</u>	4
<u>3.1. MATÉRIA-PRIMA</u>	4
<u>3.1.1. Descrição botânica</u>	4
<u>3.1.2. Inulina</u>	6
<u>3.1.3. Exploração comercial</u>	8
<u>3.1.4. Processos de obtenção de inulina</u>	8
<u>3.1.5. Aplicações</u>	10
<u>3.2. REOLOGIA</u>	11
<u>3.3. SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO</u>	15
<u>3.3.1. Processo</u>	15
<u>3.3.2. Parâmetros que influenciam o processo</u>	17
<u>3.4. MICROENCAPSULAÇÃO</u>	19
<u>3.4.1. Conceito e histórico</u>	19
<u>3.4.2. Estrutura das Microcápsulas</u>	20
<u>3.4.3. Funções da microencapsulação</u>	21
<u>3.4.4. Materiais de Parede</u>	22
<u>3.4.5. Processos para obtenção de microcápsulas</u>	25
<u>3.5. UMIDADE DE EQUILÍBRIO</u>	26
<u>3.5.1. Métodos de medida</u>	29
<u>3.5.2. Modelos matemáticos</u>	30
<u>3.6. PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL</u>	35
<u>3.6.1. Metodologia “Split-plot”</u>	37

<u>3.7. MICROESTRUTURA DE ALIMENTOS</u>	39
<u>3.7.1. Técnicas de análise da microestrutura de produtos alimentícios, segundo AGUILERA e STANLEY (1993)</u>	40
<u>3.7.1.1. Microscopia ótica</u>	40
<u>3.7.1.2. Microscopia Eletrônica de transmissão (MET)</u>	42
<u>3.7.1.3. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)</u>	44
IV. MATERIAL E MÉTODOS	46
<u>4.1. MATERIAL</u>	46
<u>4.1.1. Matéria Prima</u>	46
<u>4.1.2. Material</u>	46
<u>4.1.3. Ingredientes</u>	46
<u>4.2. MÉTODOS</u>	47
<u>4.2.1. Secagem e microencapsulação</u>	47
<u>4.2.1.1. Processo de extração e secagem do extrato de inulina de chicória</u>	47
<u>4.2.1.2. Planejamento experimental para os ensaios de secagem</u>	51
<u>4.2.1.3. Análise da concentração de inulina</u>	52
<u>4.2.2. Reologia</u>	53
<u>4.2.2.1. Preparação das Suspensões Formuladas</u>	53
<u>4.2.2.2. Medidas reológicas</u>	53
<u>4.2.2.3. Planejamento experimental</u>	54
<u>4.2.2.4. Tratamento dos dados</u>	54
<u>4.2.3. Isotermas de sorção do extrato de inulina de chicória em pó</u>	55
<u>4.2.4. Morfologia das microcápsulas</u>	57
<u>4.2.4.1. Microscopia Eletrônica de Varredura</u>	57
<u>4.2.4.2. Determinação do tamanho das partículas</u>	57
<u>4.2.5. Análises químicas e determinações físicas</u>	58
<u>4.2.5.1. Composição centesimal</u>	58
V. RESULTADOS E DISCUSSÃO	60
<u>5.1. MATÉRIA-PRIMA</u>	60
<u>5.2. REOLOGIA</u>	62
<u>5.2.1. Comportamento reológico</u>	62
<u>5.2.2. Viscosidade aparente</u>	72
<u>5.2.3. Análise simultânea das variáveis de mistura e variáveis de processo</u>	76
<u>5.3. SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO</u>	84
<u>5.4. ISOTERMAS DE SORÇÃO DE UMIDADE DO EXTRATO DE INULINA DE CHICÓRIA EM PÓ</u>	91
<u>5.4.1. Extrato puro de inulina de chicória</u>	93
<u>5.4.2. Extrato formulado de inulina de chicória</u>	95
<u>5.5. MICROESTRUTURA</u>	97

<u>VI. CONCLUSÃO</u>	104
<u>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</u>	105
<u>APÊNDICES</u>	1
<u>APÊNDICE 1</u>	1
<u>APÊNDICE 2</u>	3
<u>APÊNDICE 3</u>	12

LISTA DE TABELAS

<u>TABELA 1 – COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DA RAIZ DE CHICÓRIA E SEUS PRODUTOS EM BASE ÚMIDA</u>	60
<u>TABELA 2 – VALOR ENERGÉTICO DE MANTEIGA E MARGARINAS EXISTENTES NO MERCADO</u>	61
<u>TABELA 3 - VALORES DO ÍNDICE DE CONSISTÊNCIA (K) E DO ÍNDICE DO COMPORTAMENTO (N) PARA AS SUSPENSÕES DE INULINA DE CHICÓRIA PURA OU COM AMIDO HIDROLISADO E OU /AMIDO MODIFICADO</u>	63
<u>TABELA 4 – VALORES DA MÉDIA DOS ERROS RELATIVOS PARA TENSÃO DE CISLHAMENTO E VISCOSIDADE APARENTE PARA AS SUSPENSÕES DE INULINA DE CHICÓRIA PURA OU COM AMIDO HIDROLISADO E OU /AMIDO MODIFICADO</u>	65
<u>TABELA 5 - VALORES DE VISCOSIDADE APARENTE (η_{Ap}) PARA AS SUSPENSÕES DE INULINA DE CHICÓRIA FORMULADA COM AMIDO HIDROLISADO E OU /AMIDO MODIFICADO UTILIZADOS PARA A ANÁLISE SIMULTÂNEA DAS VARIÁVEIS DE MISTURA E PROCESSO</u>	78
<u>TABELA 6 – CONDIÇÕES DE PROCESSO E RESULTADOS EXPERIMENTAIS</u>	85
<u>TABELA 7 – VALORES EXPERIMENTAIS UTILIZADOS NOS CÁLCULOS DE RENDIMENTO EM INULINA R_{INUL}</u>	85
<u>TABELA 8– ANOVA PARA O MODELO COMPLETO CODIFICADO</u>	87
<u>TABELA 9 – ANOVA PARA O MODELO REDUZIDO CODIFICADO</u>	88
<u>TABELA 10– VALORES EXPERIMENTAIS DE UMIDADE DE EQUILÍBRIO PARA INULINA EM PÓ PURA E FORMULADA</u>	91
<u>TABELA 11 – PARÂMETROS DE AJUSTE DAS ISOTERMAS DE SORÇÃO DO EXTRATO DE INULINA DE CHICÓRIA EM PÓ PARA AS TEMPERATURAS DE 25°C, 35°C E 45°C</u>	94
<u>TABELA 12 – VALORES MÁXIMOS E MÍNIMOS DO DIÂMETRO DAS PARTÍCULAS DE EXTRATO DE INULINA DE CHICÓRIA EM PÓ PARA CADA CONDIÇÃO DE ENSAIO NO SPRAY DRYER</u>	103

TABELAS DOS APÊNDICES

<u>TABELA 1 – TENSÃO DE CISLHAMENTO TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, PARA AS TEMPERATURAS DE 25°C, 40°C E 55°C PARA EXTRATO PURO CONCENTRADO DE INULINA DE CHICÓRIA</u>	1
<u>TABELA 2 -VISCOSIDADE APARENTE TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, PARA AS TEMPERATURAS DE 25°C, 40°C E 55°C PARA EXTRATO PURO CONCENTRADO DE INULINA DE CHICÓRIA</u>	2
<u>TABELA 3 - TENSÃO DE CISLHAMENTO TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, A 25°C PARA EXTRATO DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO HIDROLISADO</u>	3
<u>TABELA 4 - TENSÃO DE CISLHAMENTO TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, A 40°C PARA EXTRATO DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO HIDROLISADO</u>	4
<u>TABELA 5 - TENSÃO DE CISLHAMENTO TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, A 55°C PARA EXTRATO DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO HIDROLISADO</u>	5
<u>TABELA 6 - TENSÃO DE CISLHAMENTO TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, A 25°C PARA EXTRATO DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO MODIFICADO</u>	6
<u>TABELA 7 - TENSÃO DE CISLHAMENTO TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, A 40°C PARA EXTRATO DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO MODIFICADO</u>	7

<u>TABELA 8 - TENSÃO DE CISALHAMENTO TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, A 55°C PARA EXTRATO DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO MODIFICADO.</u>	8
<u>TABELA 9 - TENSÃO DE CISALHAMENTO TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, A 25°C PARA EXTRATO DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO HIDROLISADO E AMIDO MODIFICADO.</u>	9
<u>TABELA 10 - TENSÃO DE CISALHAMENTO TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, A 40°C PARA EXTRATO DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO HIDROLISADO E AMIDO MODIFICADO.</u>	10
<u>TABELA 11 - TENSÃO DE CISALHAMENTO TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, A 55°C PARA EXTRATO DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO HIDROLISADO E AMIDO MODIFICADO.</u>	11
<u>TABELA 12 - VISCOSIDADE APARENTE TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, A 25°C PARA EXTRATO DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO HIDROLISADO.</u>	12
<u>TABELA 13 - VISCOSIDADE APARENTE TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, A 40°C PARA EXTRATO DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO HIDROLISADO.</u>	13
<u>TABELA 14 - VISCOSIDADE APARENTE TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, A 55°C PARA EXTRATO DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO HIDROLISADO.</u>	14
<u>TABELA 15 - VISCOSIDADE APARENTE TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, A 25°C PARA EXTRATO DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO MODIFICADO.</u>	15
<u>TABELA 16 - VISCOSIDADE APARENTE TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, A 40°C PARA EXTRATO DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO MODIFICADO.</u>	16
<u>TABELA 17 - VISCOSIDADE APARENTE TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, A 55°C PARA EXTRATO DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO MODIFICADO.</u>	17
<u>TABELA 18 - VISCOSIDADE APARENTE TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, A 25°C PARA EXTRATO DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO HIDROLISADO E AMIDO MODIFICADO.</u>	18
<u>TABELA 19 - VISCOSIDADE APARENTE TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, A 40°C PARA EXTRATO DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO HIDROLISADO E AMIDO MODIFICADO.</u>	19
<u>TABELA 20 - VISCOSIDADE APARENTE TEÓRICA E EXPERIMENTAL, ERRO RELATIVO E ERRO RELATIVO MÉDIO, A 55°C PARA EXTRATO DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO HIDROLISADO E AMIDO MODIFICADO.</u>	20

LISTA DE QUADROS

<u>QUADRO 1 – RELAÇÃO ENTRE PADRÃO DE TAMANHO DE GOTÍCULAS E VARIÁVEIS DE OPERAÇÃO PARA ATOMIZADORES CENTRÍFUGOS</u>	18
<u>QUADRO 2 – PRINCIPAIS AGENTES ENCAPSULANTES USADOS PARA ALIMENTOS</u>	23
<u>QUADRO 3 – COMPARAÇÃO ENTRE MICROSCÓPIOS</u>	45
<u>QUADRO 4 – ESPECIFICAÇÕES DOS INGREDIENTES UTILIZADOS NO EXTRATO DE INULINA DE CHICÓRIA</u>	47
<u>QUADRO 5 – NÍVEIS DAS VARIÁVEIS CODIFICADA E REAL PARA O PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL</u>	52
<u>QUADRO 6 – VALORES DE ATIVIDADE DE ÁGUA PARA CADA SAL</u>	56

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 – ILUSTRAÇÃO DA ESPÉCIE CICHORIUM INTYBUS L, POR ELISABETH BLACKWELL, ANO DE 1752.	5
FIGURA 2 - ESTRUTURA QUÍMICA DA INULINA.	6
FIGURA 3 - ESQUEMA DE FUNCIONAMENTO DO “SPRAY DRYER”.	16
FIGURA 4 – ISOTERMAS DE ADSORÇÃO E DESSORÇÃO, MOSTRANDO O FENÔMENO DE HISTERESE.	27
FIGURA 5 - TIPOS DE FORMATO DE ISOTERMAS DE ADSORÇÃO (SEGUNDO BET, 1938).	28
FIGURA 6 – REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DO MICROSCÓPIO ÓTICO (À DIREITA) E MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE TRANSMISSÃO (À ESQUERDA). FONTE: KESSEL E SHIH (1974).	43
FIGURA 7 – COMPONENTES BÁSICOS DE UM MICROSCÓPIO ELETRÔNICO DE VARREDURA.	45
FIGURA 8 - FLUXOGRAMA BÁSICO DE PROCESSAMENTO DE RAÍZES DE CHICÓRIA PARA A OBTENÇÃO DE INULINA EM PÓ POR SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO.	49
FIGURA 9 – FASES DE COLHEITA E PRÉ-PROCESSAMENTO DAS RAÍZES DE CHICÓRIA.	50
FIGURA 10 – EQUIPAMENTO UTILIZADO PARA A SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO DO EXTRATO DE INULINA DE CHICÓRIA.	51
FIGURA 11 - TENSÃO DE CISALHAMENTO EM FUNÇÃO DA TAXA DE DEFORMAÇÃO PARA EXTRATO PURO DE INULINA DE CHICÓRIA A 22°BRIX, NAS TEMPERATURAS DE 25°C, 40°C E 55°C.	66
FIGURA 12 - TENSÃO DE CISALHAMENTO COMO FUNÇÃO DO TEMPO PARA EXTRATO DE CHICÓRIA 22°BRIX, A 25°C.	67
FIGURA 13 – RELAÇÃO ENTRE TENSÃO DE CISALHAMENTO E TAXA DE DEFORMAÇÃO EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA PARA O EXTRATO DE INULINA DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO HIDROLISADO.	69
FIGURA 14 - RELAÇÃO ENTRE TENSÃO DE CISALHAMENTO E TAXA DE DEFORMAÇÃO EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA PARA O EXTRATO DE INULINA DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO MODIFICADO.	70
FIGURA 15 - RELAÇÃO ENTRE TENSÃO DE CISALHAMENTO E TAXA DE DEFORMAÇÃO EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA PARA O EXTRATO DE INULINA DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO HIDROLISADO E MODIFICADO.	71
FIGURA 16 - RELAÇÃO ENTRE VISCOSIDADE APARENTE E TAXA DE DEFORMAÇÃO EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA PARA O EXTRATO DE INULINA DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO HIDROLISADO.	73
FIGURA 17 - RELAÇÃO ENTRE VISCOSIDADE APARENTE E TAXA DE DEFORMAÇÃO EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA PARA O EXTRATO DE INULINA DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO MODIFICADO.	74
FIGURA 18 - RELAÇÃO ENTRE VISCOSIDADE APARENTE E TAXA DE DEFORMAÇÃO EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA PARA O EXTRATO DE INULINA DE CHICÓRIA FORMULADO COM AMIDO HIDROLISADO E MODIFICADO.	75
FIGURA 19 - DISTRIBUIÇÃO DE RESÍDUOS (EIXO Y) CONTRA OS VALORES TEÓRICOS DE VISCOSIDADE APARENTE PARA O MODELO LINEAR-LINEAR.	79
FIGURA 20 - PROBABILIDADE ACUMULADA (EIXO Y) VERSUS VALORES DOS COEFICIENTES DO MODELO LINEAR-QUADRÁTICO (EIXO X).	80
FIGURA 21 - DISTRIBUIÇÃO DE RESÍDUOS (EIXO Y) CONTRA OS VALORES TEÓRICOS DE VISCOSIDADE APARENTE PARA O MODELO LINEAR-QUADRÁTICO.	80
FIGURA 22 - PROBABILIDADE ACUMULADA (EIXO Y) VERSUS VALORES DOS COEFICIENTES DO MODELO BI-LINEAR LINEAR (EIXO X).	81

<u>FIGURA 23 - DISTRIBUIÇÃO DE RESÍDUOS (EIXO Y) CONTRA OS VALORES TEÓRICOS DE VISCOSIDADE APARENTE PARA O</u> <u>MODELO BI-LINEAR LINEAR.....</u>	82
<u>FIGURA 24 - PROBABILIDADE ACUMULADA (EIXO Y) VERSUS VALORES DOS COEFICIENTES DO MODELO BI-LINEAR-</u> <u>QUADRÁTICO.....</u>	83
<u>FIGURA 25 - DISTRIBUIÇÃO DE RESÍDUOS (EIXO Y) CONTRA OS VALORES TEÓRICOS DE VISCOSIDADE APARENTE PARA O</u> <u>MODELO BI-LINEAR-QUADRÁTICO.....</u>	84
<u>FIGURA 26 – INFLUÊNCIA DE CADA EFEITO NA RESPOSTA</u>	86
<u>FIGURA 27 – INFLUÊNCIA DE CADA EFEITO NA RESPOSTA</u>	87
<u>FIGURA 28 – RELAÇÃO ENTRE OS VALORES OBSERVADOS E OS PREDITOS PELO MODELO.....</u>	88
<u>FIGURA 29 – SUPERFÍCIE DE RESPOSTA E CURVA DE CONTORNO PARA O RENDIMENTO EM INULINA DE CHICÓRIA EM PÓ PARA</u> <u>AS VARIÁVEIS PORCENTAGEM DE MATERIAL DE PAREDE E TEMPERATURA DE SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO.....</u>	90
<u>FIGURA 30 – ISOTERMA DE SORÇÃO DE UMIDADE AJUSTADA PELO MODELO DE GAB, PARA O EXTRATO PURO DE INULINA DE</u> <u>CHICÓRIA.</u>	93
<u>FIGURA 31 - ISOTERMA DE SORÇÃO DE UMIDADE AJUSTADA PELO MODELO DE BET, PARA O EXTRATO FORMULADO DE</u> <u>INULINA DE CHICÓRIA</u>	95
<u>FIGURA 32: EFEITO DAS CONDIÇÕES DE PROCESSO NA MICROESTRUTURA DA INULINA DE CHICÓRIA EM PÓ.</u>	98
<u>FIGURA 33: EFEITO DAS CONDIÇÕES DE PROCESSO NA MICROESTRUTURA DA INULINA DE CHICÓRIA EM PÓ.</u>	99
<u>FIGURA 34: EFEITO DAS CONDIÇÕES DE PROCESSO NA MICROESTRUTURA DA INULINA DE CHICÓRIA EM PÓ.</u>	100
<u>FIGURA 35: MICROESTRUTURA DA INULINA PA.....</u>	102

NOMENCLATURA

a_w	atividade de água	
A e B	constantes do modelo de Halsey	
b' e p'	constantes do modelo de Iglesias e Chirife	
c e h	parâmetros da equação de Henderson	
c' e k	constante da equação de GAB;	
C e D	constantes do modelo de Oswin	
C_{BET}	constante de BET	
C_{GAB}	constante de GAB	
C_{LAN}	constante de Langmuir	
d e e	constantes do modelo de Chung e Pfof	
D_j	diâmetro do bico	[m]
D_p	diâmetro da gota	[m]
EF	valor experimental de umidade de equilíbrio para o extrato formulado	[g/g]
EP	valor experimental de umidade de equilíbrio para o extrato puro	[g/g]
EX	valor experimental	
ER	erro relativo	[%]
ERM	erro médio relativo	[%]
F	massa na alimentação	[g]
F	teste F de significância	
GL	graus de liberdade	
H_m	calor da camada monomolecular da água	[J/mol]
H_{BET}	entalpia de absorção da monocamada	[J/g]
H_1	calor de adsorção da primeira camada	[J/mol]
H_L	calor de condensação do vapor de água	[J/mol]
H_n	calor de sorção da camada multimolecular de água	[J/mol]
I_F	teor de inulina na alimentação do spray dryer (análise)	[%]
I_F	massa de inulina na alimentação do spray dryer	[g]
I_P	teor de inulina no produto (análise)	[%]
I_P	massa de inulina na alimentação no produto	[g]
Ik_1	constante do modelo de Peleg	

k_2	constante do modelo de Peleg	
K_{GAB}	constante do modelo de GAB	
m_{eq}	massa da amostra quando atingido o equilíbrio	[g]
m_s	massa seca da amostra	[g]
M	taxa de alimentação	[kg/h]
M_{ah}	massa de amido hidrolisado	[g]
M_{am}	massa de amido modificado	[g]
M_{ec}	massa do extrato de chicória	[g]
MP	material de parede	[g]
SQM	média do quadrado dos resíduos	
n	número de camadas moleculares	
n	índice de comportamento	
n_e	número de dados experimentais	
n_1 e n_2	constantes do modelo de Peleg	
N	velocidade	[rpm]
p	densidade da alimentação	[kg/m ³]
P	massa de produto	[g]
P	pressão de vapor de água	[Pa]
PP	valor da umidade de equilíbrio predito pelo modelo para o extrato formulado	[g/g]
PP	valor da umidade de equilíbrio predito pelo modelo para o extrato puro	[g/g]
P_0	pressão de vapor da água pura	[Pa]
r	raio de capilaridade	[m]
R	constante universal dos gases	[J/mol K]
R^2	coeficiente de determinação	
R_{inu}	rendimento em inulina	[%]
SS	sólidos solúveis	[°Brix]
SQR	soma dos quadrados dos resíduos	
ST_F	sólidos totais na alimentação	[g]
ST_{ah}	sólidos totais no amido hidrolisado	[g]
ST_{am}	sólidos totais no amido modificado	[g]
ST_{ce}	sólidos totais no extrato de chicória	[g]
ST_P	sólidos totais no produto (pó)	[g]

T	temperatura	[K]
TE	valor teórico	
T_e	temperatura do ar na entrada do spray	[°C]
T_s	temperatura do ar na saída do spray	[°C]
VE	valor experimental	
VP	valor predito pelo modelo	
V_0	volume molar	
X	teor de umidade, em base seca	[g/g ms]
X_A	porcentagem do componente A na mistura	[%]
X_B	porcentagem do componente B na mistura	[%]
X_e	conteúdo de umidade de equilíbrio, em base seca	[g/g ms]
X_m	conteúdo de umidade da monocamada molecular	[g/g ms]
$X_{0,5}$	umidade para $a_w=0.5$, em base seca,	[g/g ms]
X_1	código da variável temperatura	
X_2	código da variável porcentagem de material de parede	
\hat{y}	termo do modelo probabilístico a ser estimado	
Z_1	termo codificado da temperatura	[°C]
Z_2	termo codificado da porcentagem total dos componentes A e B na mistura	[%]

LETRAS GREGAS

α	valor a ser calculado para determinação dos pontos axiais no planejamento experimental	
θ	ângulo de contato do líquido nos poros	
δ	coeficiente de primeira ordem da equação de Langmuir.	
η	viscosidade	[mPa.s]
σ	tensão superficial	[N/m]
ϕ	diâmetro do disco	[m]
$\dot{\gamma}$	taxa de deformação	[s ⁻¹]
τ	tensão de cisalhamento	[Pa]
η	viscosidade	[mPa.s]
η_{ap}	viscosidade aparente	[mPa.s]

RESUMO

Chicória (*Cichorium intybus*) é uma planta que tem uma raiz tuberosa cujo carboidrato de reserva é a inulina, que é um carboidrato do grupo de polissacarídeos chamados frutanas. É composto por uma cadeia principal de unidades de frutose com uma unidade de glicose terminal, cuja fórmula pode ser descrita como **GF_n**, onde **G** representa a molécula de glicose, **F** a molécula de frutose e **n** o número de unidades de frutose. A inulina em *C. intybus*, por apresentar um teor de frutose muito elevado (cerca de 94%), sugere excelentes perspectivas para xarope puro de frutose, mas a principal vantagem é a possibilidade da produção de oligômeros de frutose ou oligofrutanas obtidos através da hidrólise enzimática, pois esses produtos têm importante propriedade não somente de baixo poder calórico como também fator “bífido”, que implica na regulação da flora intestinal. Recentemente a inulina foi identificada como um ingrediente que substitui a gordura ou o açúcar, e no Brasil ainda não existe produção comercial. Neste trabalho foram estudados alguns aspectos tecnológicos deste produto. Foi observado um comportamento de fluido não-newtoniano com características pseudoplásticas, para os extratos puro concentrado e o extrato formulado com amido modificado e maltodextrina como componentes de material de parede. A análise simultânea das variáveis de processo e de mistura indicou a maior influência da porcentagem de material de parede e a pouca dependência da temperatura na viscosidade aparente para os extratos puro e formulado de inulina de chicória, nas temperaturas de 25°C, 40°C e 55°C, e de 5% a 30% de material de parede. Através do uso da metodologia de superfície de resposta, para a obtenção de inulina de chicória em pó, encontrou-se a faixa otimizada de 11,77% a 38,94% de material de parede e 174°C a 214°C de temperatura para processo de secagem por atomização. O modelo de GAB apresentou melhor ajuste das isotermas para o extrato puro, enquanto que os modelos de BET, Halsey, Oswin e Peleg para as isotermas de extrato formulado de inulina, nas temperaturas de 25°C, 35°C e 45°C. A microestrutura do extrato de inulina de chicória em pó através da técnica de análise de imagens por microscópio eletrônico de varredura, mostrou a influência da porcentagem do material de parede e da temperatura na formação das superfícies das microcápsulas.

ABSTRACT

Chicory (*Cichorium intybus*) is a plant whose tuberous roots store inulin, a fructan polysaccharide composed of a chain of fructose units with a terminal glucose, whose formula can be described as GF_n, where G represents the glucose molecule, F the fructose molecule and n the number of units of fructose. As the inulin of *C. intybus* presents a high fructose content (about 94%), the perspectives for the production of a pure fructose syrup are excellent. However the main advantage is the possibility of producing oligomers of fructose or oligofructans obtained via enzymatic hydrolysis. These products are not only important because of their low calorie properties, but also because of the “bifid” factor, which implies in the regulation of the intestinal flora. Recently inulin was identified as an ingredient that substitutes the fat or the sugar, but there is still no commercial production in Brazil. In this study some technological aspects of this product was studied. The concentrated pure extract and the formulated extract were shown to be non-newtonian fluids with pseudoplastic behavior containing modified starch and hydrolyzed starch as components of wall material. The simultaneous analysis of the mixture and process variables indicated a greater influence of the percentage of wall material and a smaller dependence on temperature for the apparent viscosity of the pure and formulated extracts of chicory inulin at temperatures of 25°C, 40°C and 55°C, and wall material percentages of 5% to 30%. The use of response surface methodology examine the production of inulin powder from chicory, presented an optimized range of wall material from 11.77% to 38.94% and of process spray drying temperature from 174°C to 214°C. The GAB model only showed a good fit for the pure inulin extract isotherms, whereas the BET, Halsey, Oswin and Peleg models showed a good fit for the formulated inulin extract isotherms, at the temperatures of 25°C, 35°C and 45°C. The use of scanning electron microscopy image analysis showed the influence of the percentage of wall material and temperature on the surface formation of microcapsules of the chicory inulin powder.

I. INTRODUÇÃO

Cichorium intybus L, é uma planta herbácea da família Asteraceae. É uma planta hortícola conhecida como almeirão, porém existe uma variedade que não é cultivada no Brasil que é o almeirão de raiz amarga. Esta variedade tem raiz tuberosa cujo carboidrato de reserva é a inulina. Esta substância recebeu tal nome, pois foi descoberta no rizoma e uma raiz da espécie *Inula helenium*. A inulina é encontrada nos vacúolos das células das raízes e tubérculos de diversas espécies das famílias Asteraceae e Gramineae (Poaceae, Liliaceae), porém em menor quantidade que aquelas encontradas em *C. intybus*, FIGUEIRA (2000).

Na Europa, a raiz desta espécie quando picada, torrada e moída era utilizada como substituto do café ou a ele adicionada, produto conhecido como café de “Chicorée”.

A inulina é um carboidrato do grupo de polissacarídeos chamados frutanas. É composto por uma cadeia principal de unidades de frutose com uma unidade de glicose terminal. A fórmula pode ser descrita como **GF_n**, onde **G** representa a molécula de glicose, **F** a molécula de frutose e **n** o número de unidades de frutose.

A inulina em *C. intybus*, por apresentar um teor de frutose muito elevado (cerca de 94%), sugere excelentes perspectivas para xarope puro de frutose, mas a principal vantagem é a possibilidade da produção de oligômeros de frutose ou oligofrutanas obtidos através da hidrólise enzimática, pois esses produtos têm importante propriedade não somente de baixo poder calórico como também fator “Bífidos”. Este fator implica na regulação da flora intestinal, pois ao contrário dos monossacarídeos resultantes da hidrólise da sacarose, as oligofrutanas não são digeridas passando através do intestino delgado ao intestino grosso, onde são usadas como nutrientes por bactérias benéficas, resultando num aumento das bifidobactérias, seguido da produção de ácidos graxos de cadeias curtas que são utilizados pelo organismo, com a diminuição do pH do intestino e do tempo de permanência dos alimentos no mesmo, HIDAKA e HIRAYAMA (1991).

O extrato de inulina é um produto comercial disponível nos países da Europa, Estados Unidos e Canadá. A forma de comercialização mais estável é o extrato de inulina em pó, pela facilidade de manipulação, transporte, armazenamento e consumo.

Existem dois tipos de raízes apropriadas para a exploração comercial: alcachofra de Jerusalém (*Helianthus tuberosus*) e chicória (*Cichorium intybus*), LEENHEER e HOEBREGS (1994).

A chicória tem sido usada para a produção industrial de inulina na Bélgica, Holanda e França. As razões desta escolha estão na estabilidade de produção de cadeias longas do GFn e produção constante, mesmo em condições de clima moderado.

Recentemente a inulina foi identificada como um ingrediente que substitui a gordura ou o açúcar. No Brasil ainda não existe produção em nível comercial. Tem-se conhecimento de um projeto denominado "Desenvolvimento de processos de produção e recuperação de oligômeros de frutose por métodos não convencionais", financiado pelo PADCT, que envolveu as instituições Faculdade de Engenharia Química (FEC), Faculdade de Engenharia de Alimentos (FEA) e o Centro Pluridisciplinar de Química, Biologia e Agronomia (CPQBA), da UNICAMP, e o Centro de Desenvolvimento Biotecnológico, de Santa Catarina, mas que teve suas atividades apenas parcialmente desenvolvidas. No CPQBA/UNICAMP, município de Paulínia/SP, as pesquisas estão relacionadas à verificação das condições de plantio que propiciem melhor rendimento de campo aliado à concentração de inulina na raiz chicória, tendo sido testada a variedade Fredônia, durante os anos de 1996 a 1998 pela pesquisadora FIGUEIRA (2000).

Devido ao excelente resultado obtido nesse estudo do ponto de vista agrônômico, havia a necessidade do conhecimento de aspectos de processamento das raízes para a obtenção da inulina.

Desta forma, neste trabalho foi estudado o processo de secagem por atomização, em escala de laboratório, para a obtenção de inulina de chicória em pó, buscando conhecimentos tecnológicos que possam servir de base para a geração de informações para a transferência da tecnologia para o setor agroindustrial.

II. OBJETIVOS

Os objetivos deste trabalho foram estudar:

- ✓ O comportamento reológico do extrato de inulina de chicória concentrado a 22°Brix, puro e formulado com amido hidrolisado e/ou amido modificado;
- ✓ O processo de secagem por atomização em escala de laboratório, utilizando técnicas de microencapsulação, visando a otimização no rendimento de inulina, através da metodologia de superfície de resposta;
- ✓ As isothermas de sorção de umidade para extrato de inulina de chicória em pó;
- ✓ O efeito do processo de secagem por atomização na microestrutura do extrato de inulina de chicória em pó.

III. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. MATÉRIA-PRIMA

3.1.1. *Descrição botânica*

A espécie *Cichorium intybus* L pertence a família Asteraceae tribo Cichorieae, é herbácea medindo de 0,30m a 1m, vivaz, caule rígido, anguloso, com numerosos ramos, eretos frequentemente divergentes na base; folhas inferiores profundamente divididas em dentes agudos, folhas superiores pequenas, lanceoladas, semi-amplexicaules, pubescentes, com lóbulos profundos; flores azul vivo, liguladas, em grandes capítulos; aquênio com curtíssimo papilho, coroado por minúsculas escamas, raiz apumada, látex branco. Possui sabor muito amargo. No Egito antigo já era conhecida como medicinal e alimentícia como salada. No século XVII servia de sucedâneo ao café PIO CORREA (1942).

É nativa da Europa, Ásia oeste e central, norte da África e América do Sul, mas não na América do Norte, sendo uma espécie vivaz que normalmente necessita de dois anos para florescer e produzir sementes COLLINS e MC COY (1997).

A Figura 1 mostra, a planta com detalhes da cor da flor e a raiz característica, da qual se extrai a inulina.

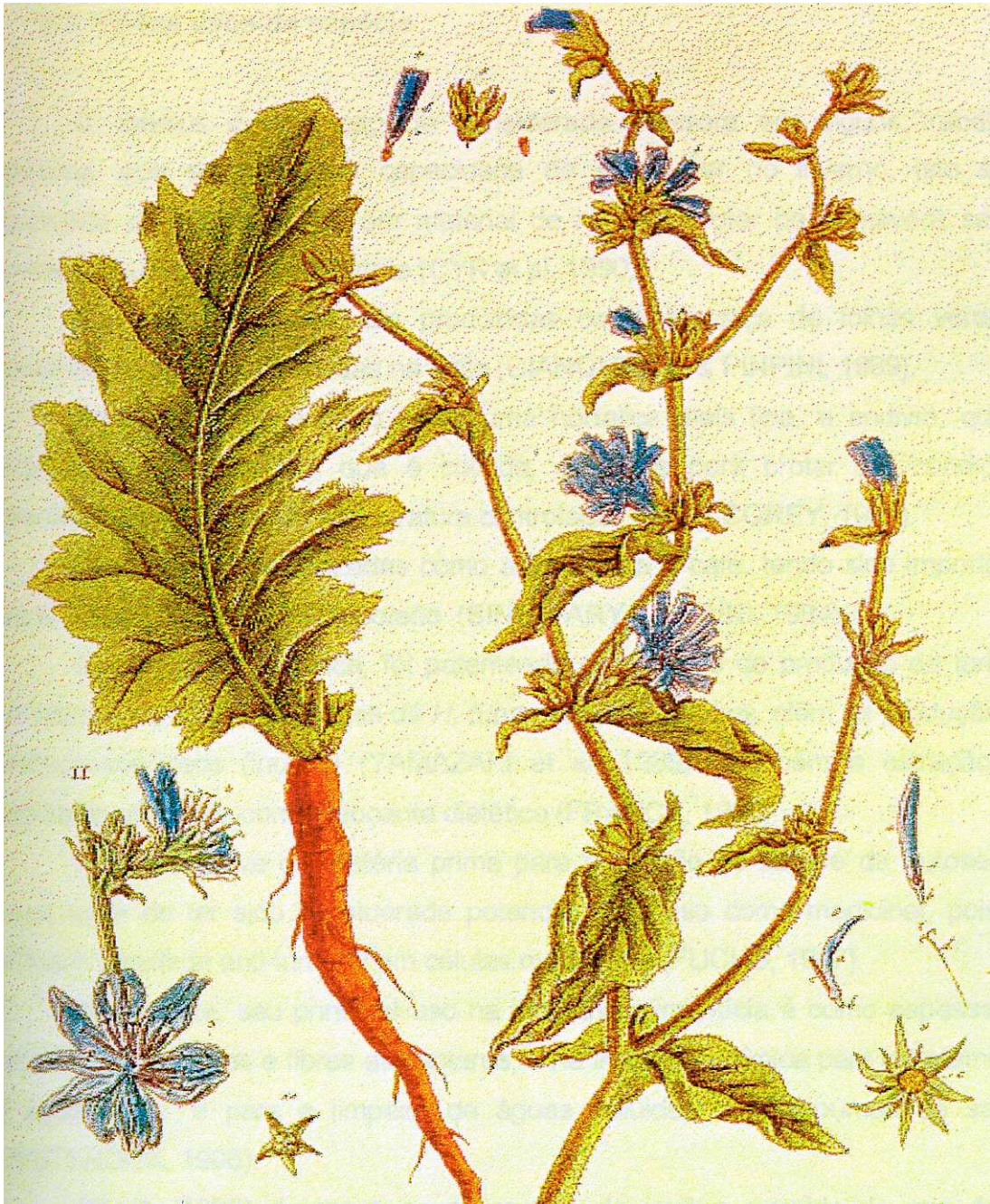


Figura 1 – Ilustração da espécie *Cichorium intybus* L, por Elisabeth Blackwell, ano de 1752.

Fonte: FURLENMEIER (1978)

3.1.2. Inulina

A inulina é um carboidrato do grupo de polissacarídeos chamados frutanas. É composto por uma cadeia principal de unidades de frutose com uma unidade de glicose terminal, conforme mostra a Figura 2. A fórmula pode ser descrita como GF_n , onde **G** representa a molécula de glicose, **F** a molécula de frutose e **n** o número de unidades de frutose.

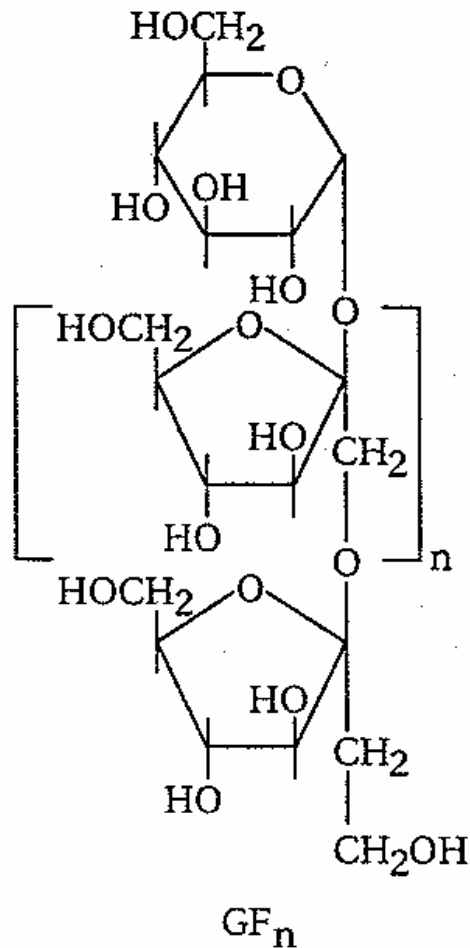


Figura 2 - Estrutura química da inulina.

Fonte: ROBERFROID (1993) e MARCHETTI (1993)

Os frutooligossacarídeos são definidos como polímeros de D-frutose, terminando com uma molécula de glicose, e desta forma a inulina pode ser classificada como um frutooligossacarídeo (**FOS**).

A dose diária aceitável (ADI) para inulina é estabelecida em 40 gramas. Não existem evidências de toxicidade ou distúrbios gastrointestinais associados ao consumo de inulina. A média diária de consumo per capita varia de 1 a 10 gramas em populações da parte ocidental dos EUA e da Europa VAN LOO et al. (1995). Por tratar de um componente já existente em muitos alimentos já consumidos pelo ser humano acredita-se que não existam restrições ao consumo de doses maiores de inulina.

As propriedades nutricionais da inulina são baseadas em três fatores:

- Após a ingestão, a inulina não é quebrada no sistema digestivo humano, não resultando portanto em contribuição calórica neste processo. Apenas a nível de cólon ocorre a degradação de inulina por fermentação de bactérias, e conseqüentemente vai ocorrer uma baixa contribuição calórica indireta em níveis de 1,0 a 1,5 kcal/g inulina ROBERFROID, GIBSON e DELZENNE. (1993) ou 1,48 kcal/g inulina, RANHOTRA, GELROTH e GLASER. (1993).
- A inulina afeta os parâmetros fisiológicos do sistema digestivo, como esvaziamento gástrico, tempo de trânsito, pH, e massa fecal de forma similar às fibras dietéticas ROBERFROID, GIBSON e DELZENNE (1993). Pelo efeito benéfico no sistema digestivo a inulina é considerada um "alimento funcional".
- A ingestão de inulina resulta em um significativo incremento dos benefícios das bifidobactérias. A flora *Bifidus* estimula o sistema imunológico, a absorção de minerais, e inibe o crescimento de bactérias nocivas ao organismo, HEWITT (1994) e ROBERFROID, VAN LOO e GIBSON (1998).
- Recentes pesquisas em nutrição mostraram resultados interessantes com relação a absorção de cálcio e prevenção de câncer de cólon COUSSEMENT e FRANK (1998).

A inulina é metabolizada da mesma maneira que as fibras e mostra os efeitos das mesmas quando ingerida. Por alguns de seus efeitos, a inulina pode ser comparada a outras fibras solúveis, como pectinas. A inulina é considerada um alimento e não um aditivo, em 12 países, entre os quais estão: EUA, Bélgica, França, Luxemburgo, Dinamarca, Japão e Reino Unido, e portanto não está sujeita a regulamentação, CÂNDIDO e CAMPOS (1995).

No momento, autoridades legais em quase todos os países europeus confirmaram que a inulina pode ser rotulada como fibra, COUSSEMENT e FRANK (1998). A ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS (AOAC) realizou pesquisas e workshops que fundamentaram sua decisão de considerar oficialmente a oligofrutose e a inulina como fibras alimentares, LEE e PROSKY (1994).

THE JOURNAL OF NUTRITION (1999), uma publicação oficial da "American Society for Nutritional Sciences", dedicou um suplemento aos benefícios nutricionais que a inulina e oligofrutose

podem trazer à saúde. Os artigos nele publicados discutem e apresentam dados sobre a aplicação de inulina como ração para pequenos animais, seu valor calórico e influência na prevenção de cânceres como o de cólon, de útero e de mama.

Em ACTIVE FOOD SCIENTIFIC MONITOR (2000), são apresentados estudos feitos em animais mostrando que a inulina e oligofrutoses, ao contrário de outros tipos de fibras dietéticas, que contém ácido fítico ou ácido urônico, não prejudica mas estimula a biodisponibilidade de minerais como cálcio, magnésio e ferro, resultando em um incremento de taxa de cálcio nos tecidos ósseos aumentando a densidade mineral nos ossos. Em ACTIVE FOOD SCIENTIFIC MONITOR (2001) é apresentado o efeito da inulina e oligofrutose no metabolismo de lipídios.

3.1.3. Exploração comercial

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

3.1.4. Processos de obtenção de inulina

HOEHN, MURRAY e McKAY (1983) obtiveram xarope concentrado de frutose a partir de materiais que contém inulina natural, através da hidrólise enzimática da inulina para glicose e frutose.

YAMAZAKI et al. (1989) descrevem quatro alternativas para a obtenção de dois tipos de produto a partir de tubérculos de alcachofra de Jerusalém: farinha integral, e farinha integral rica em frutose.

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

No artigo “CONVERTING chicory not just a cup of coffee” da revista APPLIED TECHNOLOGY (1993), é apresentado um fluxograma de obtenção de dois produtos comerciais a partir das raízes de chicória. Neste processo a inulina é obtida de raízes de chicória, por difusão. O extrato passa pela etapa de refino seguida da secagem, originando o produto denominado Raftiline. Este extrato pode seguir outro processo que consiste na reação de hidrólise enzimática, refino, concentração e secagem por atomização para a obtenção do produto Raftilose.

A inulina extraída de chicória é uma mistura de oligômeros com diferentes graus de polimerização, possuindo a formulação típica: monossacarídeos, 2%; dissacarídeos: 5%; e inulina (GF-3 a GF-60), 93%, de acordo com MARCHETTI (1993). Segundo LAURENZO et al. (1999) a importância do desenvolvimento de processos de extração de inulina das plantas está em uma das maiores limitações enfrentadas pela indústria nos dias atuais: uma plantação inteira de raízes deve ser colhida e processada em dois meses, antes que as cadeias da inulina se quebrem em cadeias de frutose, diminuindo assim suas características tecnológicas e propriedades funcionais. Os autores utilizaram um processo para clarificar o extrato cru de inulina por ultrafiltração.

SILVA (1996) descreve um processo de extração por difusão de inulina a partir das raízes de chicória, seguido por uma purificação para a eliminação de agentes de cor, minerais, componentes amargos, para se obter um suco purificado de inulina. A seguir esse suco é concentrado e desidratado em spray drier, obtendo a inulina em pó.

Outros métodos para obtenção dos produtos de inulina foram desenvolvidos. MITCHELL e MITCHELL (1995) prensaram plantas para produzir um suco de polímeros de inulina. COUSSEMENT, DE LEENHEER e SMITS (1997) apresentam um método para obtenção de frutooligossacarídeos ramificados que exibem características de adoçantes e espessantes.

PARTIDA, LOPEZ e GOMEZ (1998). descrevem um processo para obtenção de um produto similar que não requer tecnologia enzimática e emprega menos capital. É feita extração com água para produzir uma polpa liquefeita, seguida da coagulação e separação de colóides. O extrato parcialmente purificado é filtrado com carvão ativo.

3.1.5. *Aplicações*

Normalmente ao se referir a processos de transformação da chicória, tem-se como primeira imagem uma bebida com propriedades similares ao café.

Entretanto, mais recentemente a inulina foi identificada como um ingrediente que substitui a gordura ou o açúcar, APPLIED TECHNOLOGY (1993).

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

Desta forma, existem críticas a produtos com baixo teor de gordura ou sem gordura, no que se refere à sensação causada no consumo pelo decréscimo de textura, sabor, aroma e sensação tátil bucal. Para substituir ou reduzir gordura com sucesso, o substituto deve não apenas resultar em produto com baixo valor calórico, mas simultaneamente suprir as propriedades funcionais como estabilidade ao calor, emulsificação, espalhamento, textura e sensação tátil bucal, SILVA (1996).

A inulina é um modificador reológico e pode ser utilizado para otimizar a textura em sistemas de alimentos. As propriedades de um gel podem ser aumentadas e otimizadas através da utilização de outros ingredientes como gomas e surfactantes em misturas formuladas até que se atinja o efeito desejado no produto, CÂNDIDO e CAMPOS (1995) e SILVA (1996).

No começo dos anos 90, foi descoberto que a inulina tem potencial para formar estruturas similares a um gel quando misturada a água. Essas estruturas são boas imitações da gordura, com a mesma textura e a sensação tátil bucal. O uso da inulina como substituto de gordura é baseado nesta propriedade. Desde então, foram descobertas muitas aplicações da inulina, segundo COUSSEMENT e FRANCK (1998).

No artigo “INULINA e oligofrutose: novas aplicações em laticínios com baixo teor de gordura” (2000), é relatado que quando a inulina é usada para repor gordura, três diretrizes nutricionais podem ser preenchidas ao mesmo tempo: redução de gordura, aumento das fibras e redução calórica. A ORAFI, uma empresa belga na área de ingredientes para alimentos, produtora de inulina de chicória em suas diferentes variações, desenvolve um programa de pesquisa científica intensivo abrindo campo para novas aplicações de inulina. Os resultados das pesquisas são mostrados em publicação da empresa, que também promove regularmente eventos científicos sobre inulina.

ROBINSON (1995) relata que estas interações entre inulina e hidrocolóides podem resultar em sistemas com um sinergismo de viscosidade combinada com escoabilidade, que é ausente em sistemas puros hidrocolóides/água. Baseado nesta propriedade, a inulina tem sido aplicada para aumentar a viscosidade, dar corpo e otimização de textura em bebidas com teor reduzido de calorias, iogurtes, sorvetes, mousses, molhos de salada, chocolate, queijos processados, e substituto de gorduras em carnes.

Estudos recentes com um produto da empresa Orafti, denominado *RAFTILOSE Synergyl* mostram que é possível aumentar em quase 20% a absorção de cálcio pelo organismo. A absorção de cálcio durante a adolescência é reconhecida por cientistas e nutricionistas como um importante fator para se evitar futuramente a osteoporose. A *RAFTILOSE Synergyl*, cuja patente foi requerida, é um pó especialmente formulado de inulina enriquecido com moléculas com comprimentos de cadeia selecionados e específicos. As aplicações deste produto em laticínios, sobremesas lácteas, sorvetes e margarinas são mostrados em ADITIVOS & INGREDIENTES (2000).

A inulina pode ser utilizada em produtos de panificação e produtos de cereais, no sentido de: a) controle de umidade, baseado na capacidade de ligação de água da inulina, aumentando a vida de prateleira do produto; b) controle da viscosidade em bolos e pudins, particularmente em massas com baixos teores de gordura. O gel aquoso de inulina tem um potencial básico substituto de gordura, e muitos sistemas têm sido desenvolvidos para diferentes aplicações, incluindo: gel aquoso de inulina/surfactantes, emulsões óleo/água/inulina e combinações de inulina/água/gomas SILVA (1996). O autor relata ainda que o uso de inulina em processos de produção de margarina pode reduzir para 20-40% de gordura em substituição ao padrão de 80% de gordura. A ORAFTI (1999) sugere formulações para aplicação de *RAFTILINE* e *RAFTILOSE* em produtos para panificação.

3.2. REOLOGIA

Reologia pode ser genericamente definida como o estudo da deformação da matéria, ou ainda, o estudo da mobilidade dos fluídos. A reologia dos fluídos é estudada principalmente através da medida da viscosidade.

A operação fundamental em um teste reológico é aplicar uma força no material a ser investigado e medir sua deformação, ou, igualmente, aplicar uma deformação e medir a resistência.

A medida da viscosidade é a medida da resistência ao movimento (deformação, $\dot{\gamma}$) das várias camadas paralelas de um fluido, movendo-se laminarmente com um gradiente de velocidade uniforme sob a ação de uma tensão (τ) deformante durante o movimento.

Existem dois extremos de comportamento idealizados: sólidos perfeitos (Hookeanos) e líquidos perfeitos (Newtonianos). No primeiro caso a tensão gerada pela resistência à deformação é diretamente proporcional à magnitude da deformação, mas é independente da taxa em que a deformação é aplicada. No outro extremo, a resistência de um líquido Newtoniano para o movimento imposto é diretamente proporcional à taxa de movimento, mas é independente da magnitude da deformação, isto é, o fluxo continua indefinidamente enquanto a tensão é mantida. O que caracteriza a resistência ao fluxo é a viscosidade do líquido, que é denotada por η , MORRIS (1995).

Não existem, naturalmente, fluidos ideais, mas fluidos cujo comportamento se aproxima do ideal, como é o caso de líquidos puros, soluções verdadeiras diluídas e poucos sistemas coloidais. O coeficiente de viscosidade η para os fluidos que não são não-newtonianos é chamado de viscosidade aparente, η_{ap} .

No fluido Newtoniano um valor de η caracteriza o fluido, enquanto para o não-newtoniano o valor de η varia com a força aplicada produzindo diferentes tipos de comportamento em função da taxa de deformação, $\dot{\gamma}$.

Segundo LEWIS (1987) os diferentes comportamentos dos fluidos não-newtonianos podem ser divididos em duas categorias: dependentes do tempo e independentes do tempo. O comportamento independente do tempo é verificado quando a viscosidade aparente não depende do tempo de aplicação de força sobre o fluido. Os fluidos cujo comportamento é dependente do histórico de aplicação de força são mais difíceis de se classificar experimentalmente.

Entre os fluidos independentes do tempo, temos os tipos pseudoplástico e dilatante. Quando a força aplicada aumenta a fluidez do sistema, ou seja, abaixa a sua viscosidade temos o fluido pseudoplástico. No caso oposto, em que a fluidez diminui (viscosidade aparente aumenta), o fluido é chamado de dilatante.

O comportamento reológico dos fluidos tixotrópicos e reopéticos são dependentes do tempo. Neles, os efeitos descritos e produzidos pela aplicação da força externa de deformação perduram parcialmente quando cessa a força aplicada, isto é, o fluido demora um tempo maior daquele em que foi aplicada a força para voltar ao estado inicial de η_{ap} .

Os fluidos tixotrópicos e reopéticos exibem histerese, isto é, a viscosidade dos sistemas sujeitos a uma força por um tempo t não é a mesma, quando medida no mesmo tempo t , após cessada a ação desta força. Entre os alimentos que apresentam comportamento tixotrópico estão os géis de pectina com baixo teor de grupos metoxila, os géis de alginato e certos tipos de mel, BOBBIO e BOBBIO (1983).

A “lei da potência” foi proposta por Ostwald e de Waele para descrever tanto o comportamento dilatante ($n > 1$) como pseudoplástico ($n < 1$). Para $n = 1$, $K = \eta$, temos então um fluido newtoniano:

$$\tau = K \cdot \dot{\gamma}^n \quad (\text{Eq. 1})$$

Por ser uma equação muito simples e útil, é a mais popular expressão em trabalhos de engenharia e é largamente usada para resolver problemas industriais envolvendo fluxo e transferência de calor, RAO e ANANTHESWARAN (1982), e LAPASIN e PRICL (1995), e desta forma resolveu-se utilizá-lo no ajuste dos dados experimentais referentes a este estudo.

Como por definição $\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$, a equação da lei da potência também pode se expressa como MORRIS (1995):

$$\eta_{app} = K \cdot \dot{\gamma}^{(n-1)} \quad (\text{Eq. 2})$$

LAPASIN e PRICL (1995), afirmam que as propriedades de transporte e, especificamente o comportamento reológico de materiais complexos e reais como sistemas de polissacarídeos podem ser significativamente afetadas por diversos fatores, como meio de dissolução, concentração e temperatura. Para sistemas homogêneos, a viscosidade é uma função monotonamente decrescente da temperatura. Verifica-se experimentalmente que muitos líquidos de origem biológica de moderadas ou altas concentrações tais como soluções ou suspensões de proteínas ou polissacarídeos não obedecem a Lei de Newton da viscosidade. Purês de frutas e vegetais, onde existem quantidades substanciais de material particulado insolúvel, são altamente não-newtonianos devido à alta concentração de macromoléculas como pectina que afetam diretamente o seu comportamento reológico.

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

Na literatura foram encontrados poucos estudos sobre o comportamento reológico de extratos vegetais que pudessem ser comparados com o extrato de chicória, e diante disso são citados estudos reológicos sobre o comportamento de sucos e polpas de frutas.

Através da leitura em um instrumento a uma velocidade rotacional dada, SARAVACOS (1968) observou um decréscimo da viscosidade, sendo caracterizado o comportamento tixotrópico de suco concentrado de maçã a 66,5°Brix a temperaturas menores que 50°C.

SARAVACOS (1970), estudou o comportamento da viscosidade em vários sucos e purês de frutas como função da concentração e temperatura. Observou que a viscosidade de sucos de maçã despectinizados e de uva diminuíram consideravelmente com o aumento da temperatura. Relata também que o efeito da temperatura foi mais evidente em concentrações mais elevadas, sendo que a viscosidade aparente do suco de laranja concentrado, a uma taxa de deformação de 100 s^{-1} , diminui moderadamente com o aumento da temperatura, presumidamente devido a presença de polpa em suspensão.

RAO et al. (1974), apresentaram exemplos deste comportamento para purês de banana, goiaba, manga e papaia, como sendo fluidos não-newtonianos, pseudoplásticos e obedecem a equação reológica da Lei de Potência

HOLDSWORTH (1971) e RAO (1977) mostram que os valores de “n” para purês de frutas situam-se na faixa de 0,30 a 0,50. As divergências de valores encontrados fora desta região é função do processo de obtenção, grau de maturação e método de determinação dos parâmetros reológicos.

GINER et al. (1996) analisaram a influência da temperatura e concentração na reologia do suco clarificado de cereja e notaram que um aumento na temperatura resultou no decréscimo da viscosidade e o aumento de sólidos solúveis no aumento da viscosidade.

PANEGASSI (1998) realizou estudos com o polissacarídeo galactomano extraído de sementes de faveiro, observando que o fluido é não-Newtoniano, com características pseudoplásticas.

HASSAN & HOBANI (1998), estudaram as propriedades de fluxo do extrato de um tipo de rosa de origem sudanesa, observando o comportamento pseudoplástico para o fluido, cujo modelo foi bem descrito pela lei de potência.

SILVA (2000), estudou o comportamento reológico do suco de acerola mediante um reômetro de cilindros concêntricos avaliando o efeito da concentração (4° Brix a 16° Brix) e da temperatura (5°C a 85°C), observando um forte comportamento não-newtoniano com características pseudoplásticas.

VIDAL-BEZERRA (2000), estudou o comportamento reológico da polpa de manga, utilizando diferentes sistemas de medida, cilindros concêntricos e placas paralelas, observando o comportamento pseudoplástico independente do sistema de medida.

3.3. SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO

3.3.1. Processo

O processo de secagem significa a remoção de umidade de um material por evaporação devido a transferência simultânea de calor e massa.

Atomização é, por definição a transformação de um produto no estado fluído para o estado sólido em forma de pó, através da dispersão de gotículas do material dentro de uma câmara, contatando com ar aquecido, MASTERS (1979). O material a ser desidratado pode estar na forma de solução, suspensão ou pasta e o resultando em partículas isoladas, grânulos ou aglomerados, sendo que estas formas dependem das propriedades físicas e químicas do material, do projeto e operação do secador. Spray drying é um processo no qual muitas indústrias conseguem especificações mais adequadas a diferentes aplicações de seus produtos, permitindo obter produtos na forma final ou de utilização intermediária. A Figura 3 apresenta as etapas envolvidas em na secagem em “spray dryer”.

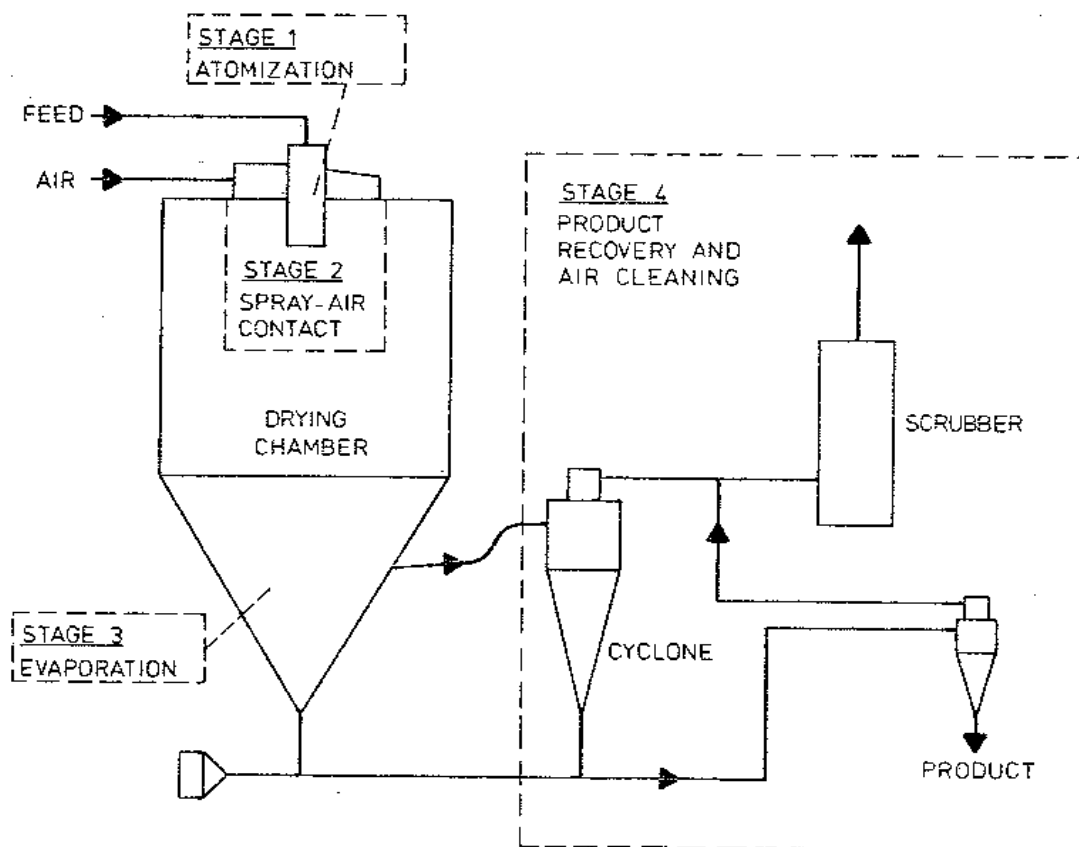


Figura 3 - Esquema de funcionamento do “spray dryer”

Fonte: MASTERS (1979)

A qualidade dos produtos obtidos por atomização depende das características do atomizador e da transferência de calor e massa entre o ar aquecido e as gotículas da câmara de secagem. O líquido é disperso através de alta pressão ou força centrífuga, para aumentar a área superficial e expor as gotículas de pequeno diâmetro ao ar de secagem a altas temperaturas. O tamanho das partículas do líquido atomizado fica ao redor de 10 a 200 μm e o tempo de secagem é de 5 a 30 segundos, FURUTA et al. (1994). NONHEBEL e MOSS (1971) citam tamanho de partículas na faixa de 1 a 300 μm , e quando o produto está na forma de esferas ocas, a densidade é baixa. FURUTA et al. (1994) afirmam que o incremento na área superficial do material a ser atomizado aumenta, com o aumento da velocidade de secagem e o diâmetro das partículas desidratadas em spray dryer é afetado pelas condições de secagem.

MASTERS (1979), relata que o termo atomização relacionado ao processo, é devido à divisão do líquido em milhões de partículas individuais formando uma nuvem ou spray. Um metro cúbico de líquido forma aproximadamente 2×10^{12} partículas uniformes de diâmetro 100 μm , equivalente a área

superficial de 60.000m². Durante o contato gotícula-ar, as partículas encontram o ar quente ocorrendo um processo rápido de evaporação a partir das superfícies das partículas. O controle de umidade ocorre pela regulação de fluxo e temperatura de processo.

Embora a grande maioria dos casos emprega aquecimento do ar atmosférico para remover a umidade de cada gotícula existem casos em que algumas variações do conceito básico de atomização podem ser necessárias, dependendo do interesse e produto desejados:

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

3.3.2. Parâmetros que influenciam o processo

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

DUFFIE e MARSHALL Jr. (1953), com o objetivo de verificar os fatores que influenciam as propriedades de materiais na atomização, escolheram um atomizador de bico, para produzir um fluxo vertical de gotas no sentido co-corrente com o ar de secagem. Neste estudo, relatam o pioneirismo de Lorde Rayleigh em 1878, em postular matematicamente o fenômeno de ruptura de líquidos em bicos, citando como principal causa instabilidade devida basicamente às forças de tensão superficial dos jatos de líquido descarregados no ar, onde a predição do tamanho da gota resultante da ruptura do jato, pode ser expressa como:

$$D_p = 1,9D_j \quad (\text{Eq. 3})$$

As variáveis que DUFFIE e MARSHALL Jr. (1953) preconizam como as que afetam as propriedades de produtos obtidos na atomização são:

- variações na concentração de alimentação;
- variações na temperatura de alimentação;
- variações na temperatura do ar;
- variações nos métodos e condições de atomização
- diferenças nas propriedades físicas e químicas do material de alimentação;

Como propriedades dos produtos devem ser avaliadas:

- densidade aparente;
- volume aparente;
- tamanho da partícula e distribuição (incluindo finos);
- friabilidade da partícula ou resistência à ruptura;
- conteúdo de umidade;
- dispersibilidade ou tendência à aglomerar;
- retenção da qualidade desejada ao produto (como aroma, valor alimentício, cor, reconstituibilidade, dentre outras)

MASTERS (1979), reporta a relação do tamanho das gotículas e variáveis operacionais de atomizadores, conforme Quadro 1.

Quadro 1 – Relação entre padrão de tamanho de gotículas e variáveis de operação para atomizadores centrífugos

Diâmetro	Variável de operação	Efeito observado
D	N^{-p}	Aumento de N, diminui D
D	M^q	Aumento de M, aumenta D
D	η^r	Aumento da η , aumenta D
D	σ^s	Aumento da σ , aumenta D
D	p^t	Aumento de p, aumenta D
D	ϕ^{-u}	Aumenta ϕ , diminui D

p, q, r, s, t, u - valores inteiros e dependem das condições de operação

MASTERS (1979) cita equações empíricas para estimar a média do tamanho das gotículas, relatando a existência de grande diferença entre os valores teóricos e os valores experimentais (de um

modo geral os valores teóricos são maiores), demonstrando a possibilidade da não-representatividade da amostra, devido a formação dos finos, partículas muito grandes, perdas por deposição, atrito, etc.

Dependendo do tipo de atomizador utilizado no processo de secagem por atomização, a estimativa do tamanho das partículas seguem princípios teóricos específicos relativos a cada um, devido a geometria do atomizador, formação e área superficial das gotículas

Embora a tecnologia de secagem por atomização necessite de altos investimentos em instalações, a produção de partículas de qualidade consistente, fácil realização do processo de modo contínuo e capacidade de processar diversos tipos de matérias-prima, fazem com que esta tecnologia seja amplamente utilizada, WENDEL e ÇELIK (1998).

3.4. MICROENCAPSULAÇÃO

3.4.1. Conceito e histórico

A microencapsulação é uma técnica em que pequenas gotas de material líquido ou partículas sólidas são recobertas com um fino filme protetor. Os materiais microencapsulados (material ativo ou núcleo) são envoltos num material formador de filme (material de parede ou agente encapsulante), SHEU e ROSENBERG (1995).

A microencapsulação começou com a criação das células vivas. Muitos animais ou plantas unicelulares são exemplos excelentes de microencapsulação, SHAHIDI e HAN (1993). Suas membranas (ou cápsulas) naturais apresentam uma grande eficiência em suas funções de proteção do material recoberto e do controle de fluxo de material através delas BALASSA e FANGER (1971) e VANDEGAER (1973)

As microcápsulas criadas pelo homem assemelham-se às naturais, consistindo de um filme externo e de um núcleo composto de material sólido ou líquido, que é o material a ser protegido. Pode-se dizer que, comparadas às embalagens convencionais, são “microembalagens”, ARSHADY (1993).

De acordo com JACKSON e LEE (1991), a indústria farmacêutica esteve envolvida primordialmente com as tecnologias de microencapsulação. As drogas eram encapsuladas tendo gelatina como cobertura desde 1931.

Atualmente, existem no mercado medicamentos de diferentes classes de antidepressivos e antibióticos, desenvolvidos utilizando a tecnologia de microencapsulação, permitindo um intervalo maior entre as prescrições, utilizando o mecanismo de liberação controlada. Na área de cosméticos também existe uma grande variedade de produtos como cremes hidratantes e nutritivos que têm sua ação baseada na aplicação de ingredientes microencapsulados com liberação controlada.

Na indústria de alimentos, a microencapsulação teve início quando se patenteou um processo de preparação de concentrados de óleo no estado sólido, ARSHADY (1993).

Uma diferença entre microencapsulação e uma simples cobertura, é que a camada exterior da microcápsula deve cobrir, por completo, a partícula de ingrediente ativo. A encapsulação requer um filme contínuo, pois se alguma partícula ficar exposta, ela começa imediatamente a reagir. Por outro lado, uma cobertura simples pode cobrir apenas 10% do núcleo, HEGENBART (1993).

3.4.2. Estrutura das Microcápsulas

As microcápsulas têm diâmetro que varia de 5 a 10.000 μ m, dependendo do processo de encapsulação que tenha sido usado e, com relação ao formato, podem ser esféricas, oblongas, monolíticas ou agregadas, com paredes simples ou múltiplas, KIRBY et al. (1991).

A influência do tamanho da microcápsula para a estabilidade de alguns ingredientes ainda não foi claramente explicada, embora estudos tenham estabelecido que há um tamanho ótimo, tanto para a retenção quanto para a estabilidade do ingrediente nas microcápsulas; sendo que a queda na estabilidade pode ser devida a um maior grau de imperfeição de suas superfícies conforme estas aumentam, ARSHADY (1993).

Pós encapsulados podem ser facilmente reidratados e facilmente incorporados em alimentos processados, ONWULATA et al. (1996)

De acordo com SHAHIDI e HAN (1993), a arquitetura das microcápsulas é geralmente dividida em diversas classificações arbitrárias, como:

- Uma das formas adquiridas pelas microcápsulas consiste em uma estrutura simples, formada por uma esfera envolta por uma parede ou membrana de espessura uniforme, semelhante a uma casca de ovo. Nesse tipo de estrutura, denominada “estrutura de

partícula simples”, o núcleo pode se encontrar a diversas profundidades, no interior da casca.

- Além das estruturas de partícula simples, também é possível desenvolver microcápsulas que apresentem vários núcleos distintos dentro da mesma cápsula ou, mais comumente, numerosas partículas de núcleo envoltas por uma matriz contínua de material de parede, denominada “estrutura agregada”. As partículas presentes na estrutura agregada não precisam ser todas do mesmo material.
- Uma outra estrutura conhecida para microcápsulas é uma estrutura com paredes múltiplas, na qual diferentes camadas de paredes concêntricas podem ter a mesma, ou levemente diferente, composição. Nesse caso, as múltiplas paredes estão situadas ao redor do núcleo para atingir diversos propósitos relacionados à manufatura das cápsulas, à sua armazenagem ou liberação controlada do material ativo.

As microcápsulas podem ser caracterizadas através de diversos meios: físicos, químicos, físico-químicos e sensoriais. As estruturas podem ser observadas através de diversas técnicas, tais como: microscopia eletrônica de varredura (MEV), absorção ultra-sônica e ressonância magnética nuclear. As propriedades de fluxo de pós microencapsulados estão relacionados à estrutura e topografia da superfície das microcápsulas. A presença de dentes na superfície das microcápsulas provoca efeitos adversos nas propriedades de reconstituição e de fluxo, SHEU e ROSENBERG (1998). Através da microscopia eletrônica de varredura pode-se observar a maneira pela qual o núcleo está na matriz sólida, os efeitos produzidos por diferentes encapsulantes, bem como a existência de vazios nas microcápsulas, SHAHIDI e HAN (1993).

3.4.3. Funções da microencapsulação

Segundo HEGENBART (1993) a microencapsulação objetiva promover as seguintes ações em um ingrediente, de modo que ele mantenha sua eficiência relativa em relação ao meio externo: proteção contra a luz, temperatura, umidade e oxigênio; redução da taxa de transferência de massa; promoção de uma fácil manipulação do núcleo através da diminuição da higroscopicidade, de modo a manter o escoamento constante, posicionamento do núcleo mais uniformemente em uma mistura, em função do seu diâmetro quando usado em pequenas quantidades e manutenção da integridade da estrutura; liberação controlada gradativa sob condições de pH, calor ou mastigação; facilidade de manuseio e

armazenamento do ingrediente líquido; retenção de compostos voláteis de sabor e aroma, para liberação sob condições pré-definidas (liberação controlada); mascarar sabor e odor indesejáveis.

A microencapsulação bem sucedida, que atinge um ou mais objetivos mencionados acima, depende da escolha correta do material de parede, da técnica de microencapsulação e do entendimento e como o material ativo está organizado e protegido pelas microcápsulas. Também é importante entender o efeito das condições do meio ambiente na estrutura e comportamento do sistema microencapsulado, ROSENBERG, KOPELMAN e TALMON (1895).

Um produto microencapsulado pode ser obtido por vários processos, devendo ser respeitadas as propriedades físico-químicas determinadas pelas características do material de parede. Desse modo, o material de parede deverá ser capaz de formar um filme coesivo e quimicamente compatível e não reativo com o material do núcleo, SALIB (1997).

KING, TRUBIANO, e PERRY (1976) citam que várias pesquisas foram feitas para avaliar a relação entre a composição do alimento e a microcápsula. Foi verificada a existência de uma relação crítica entre componentes de elevado e baixo peso molecular, acima da qual as microcápsulas podem apresentar dobras na sua superfície; enquanto abaixo dessa relação, ocorrem superfícies lisas.

3.4.4. *Materiais de Parede*

JACKSON e LEE (1991) relatam que materiais de parede normalmente utilizados são os carboidratos, como as dextrinas, açúcares, amidos e gomas ou proteínas como a gelatina e proteína de soja. O processo de microencapsulação envolve: (1) a formação de uma emulsão ou suspensão do material de parede e o núcleo ou princípio ativo; e (2) nebulização desta suspensão em uma câmara de secagem com ar quente e seco circulando (atomização). A umidade das gotas desta nuvem evapora em contato com o ar quente, recuperando-se o produto em pó, que constitui o material microencapsulado.

Para corresponder às funções de recobrimento, um agente encapsulante deve ter boas propriedades emulsificantes, formar facilmente película envolvente; ter baixa viscosidade em altas concentrações de sólidos (menor que 0,5 Pa.s em concentrações superiores a 45%); apresentar baixa higroscopicidade; ser de fácil reconstituição do componente microencapsulado, ser econômico, de sabor leve e fácil obtenção. Na prática, muitas vezes, pelo fato de um mesmo encapsulante não englobar todas essas propriedades, usam-se combinações desses, SHAHIDI e HAN (1993).

O primeiro passo no processo de encapsulação de um produto com finalidade alimentícia consiste na escolha adequada do material de parede a ser utilizado, DZIEZAK (1988).

A escolha do material de parede dependerá das propriedades químicas e físicas do material ativo, do processo utilizado para formar a microcápsula e das propriedades desejadas. Esse material pode ser selecionado a partir de uma grande variedade de polímeros naturais ou filmes sintéticos. O encapsulante representa, em geral, de 1 a 70% do peso da microcápsula, podendo apresentar uma espessura de até 200 μm ; essa espessura é manipulada de modo a promover alteração na permeabilidade e estabilidade da microcápsula, BAKAN (1973) e SPARKS (1985).

Segundo BANGS e REINECCIUS (1988), durante a secagem em spray, o material de parede é uma das variáveis que mais influencia na retenção de aromas. Os principais encapsulantes de grau alimentício encontram-se no Quadro 2.

Quadro 2 – Principais agentes encapsulantes usados para alimentos

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

Fonte: Jackson e Lee (1991)

Devido às suas propriedades, normalmente são utilizadas misturas de cada material de parede, a fim de permitir a formação de uma microcápsula com as propriedades desejadas frente à estabilidade, retenção e liberação de princípio ativo, dentre outras.

Normalmente, em processos de secagem por atomização são utilizados os ingredientes que complementem suas propriedades para a formação da matriz de uma microcápsula com estabilidade para manter as características desejadas no produto em pó.

As maltodextrinas $[(\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_5)_n \cdot \text{H}_2\text{O}]$, segundo a Food and Drug Administration são polímeros sacarídeos nutritivos não doces que consistem de unidades D-glicose ligadas principalmente por cadeia α 1-4 e que tem dextrose equivalente (DE) menor que 20. Apresenta-se como pó branco ou solução concentrada pela hidrólise parcial do amido de milho com ácidos ou enzimas. As propriedades funcionais da maltodextrina são, KENYON e ANDERSON (1988):

- Estabilização da emulsão. As maltodextrinas não têm capacidade emulsificante (propriedades lipolíticas e hidrofílicas), por isso são usualmente combinadas com emulsificantes, como a goma arábica ou amidos especialmente modificados para fornecer a necessária estabilidade à emulsão.
- Propriedade de formação de película. Na encapsulação de voláteis, a qualidade do produto final é afetada pela facilidade do material de parede em formar película ou membrana seletiva em torno do material ativo e pela qualidade da película e sua capacidade de proteção do material ativo.
- Higroscopicidade. A maltodextrina com a DE baixa não é muito higroscópica, mas tem custo maior; aromatizantes microencapsulados com este material fornecem pós de escoamento livre; a higroscopicidade aumenta com o aumento da DE.
- Viscosidade. A viscosidade e a solubilidade podem ser as duas características mais importantes do material de parede. O aumento dos sólidos na alimentação do secador com relação à constante sólidos/aroma pode aumentar a eficiência econômica da operação. A viscosidade das emulsões de maltodextrina é baixa e decresce com o aumento da DE.
- Liberação de componentes voláteis. Óleos essenciais microencapsulados encontram aplicação em toda a indústria de alimentos. As maltodextrinas têm excelente solubilidade em água fria e seu uso na microencapsulação de aromas proporciona rápida liberação dos mesmos, principalmente para bebidas.
- Baixo custo. As maltodextrinas têm menor custo do que a maioria dos outros materiais de parede utilizados na indústria de alimentos.

De acordo com REINECCIUS (1991) o amido hidrolizado (maltodextrina) é apenas hidrofílico não apresentando propriedades emulsificantes, que para tal, deve conter os grupos lipofílicos e hidrofílicos. Diante deste fato, foram realizadas pesquisas para modificar quimicamente os amidos, incorporando grupos lipofílicos .

O amido modificado proporciona excelente retenção de componentes voláteis durante a secagem por atomização e pode ser usado com alta concentração de sólidos aumentando menos a viscosidade que a goma arábica. O uso da goma arábica é geralmente limitado em cerca de 35% da concentração de sólidos do alimento, enquanto que os amidos modificados podem ser usados em concentrações de aproximadamente 50%, REINECCIUS (1991).

De acordo com KING, TRUBIANO, e PERRY (1976) os amidos modificados têm capacidade para formar misturas com baixa consistência evitando a aglomeração e formação de película antes da secagem por atomização.

3.4.5. Processos para obtenção de microcápsulas

Muitos processos de microencapsulação têm sido desenvolvidos e, de acordo com BAKAN e ANDERSON (1970), nenhum processo por si só serve para encapsular todos os tipos de material ativo.

As etapas do processo de microencapsulação segundo BAKAN (1973) geralmente ocorrem em três etapas que são desenvolvidas sob agitação constante: (a) formação de um sistema trifásico, contendo fase líquida (veículo para mistura de componentes), fase constituída do material a ser encapsulado e fase do material de parede; (b) deposição do material de parede (polímero) em torno das partículas do núcleo; (c) solidificação do material de parede formando a microcápsula.

Os principais processos de microencapsulação com aplicação na indústria de alimentos são: spray drying; suspensão no ar; extrusão; coacervação, separação por suspensão rotacional, extrusão centrífuga, e complexação por inclusão, DZIEZAK (1988), RISCH (1993) e CARDELO e CELESTINO (1996).

Apesar de ser considerado como um processo de secagem, atomização é o método de encapsulação mais antigo e mais utilizado na indústria de alimentos por ser mais flexível e produzir partículas de boa qualidade, HEATH (1985) e HEATH e REINECCIUS (1986).

As vantagens da utilização desse método, de acordo com RISCH (1993) consistem no baixo custo de processo e no fato de o equipamento utilizado estar prontamente disponível. Esse processo geralmente proporciona boa proteção ao material encapsulado, além de existir uma grande gama de materiais de parede disponíveis para aplicação nesse processo.

Para preparar o material para atomização, primeiramente o material de parede deve ser hidratado. O ingrediente a ser encapsulado é, em seguida, adicionado ao material de parede e homogeneizado ou fortemente misturado ao sistema.

A suspensão do ingrediente com o material de parede é alimentada para o interior do “spray drier”, onde sofre atomização através de um bico de pressão. O fluxo de ar quente entra em contato com as partículas atomizadas e evapora a água, produzindo partículas secas formadas por uma matriz de material de parede contendo gotículas do ingrediente – as microcápsulas.

A principal desvantagem do processo de atomização é a produção de um pó muito fino, o que, algumas vezes, exige um processamento posterior. Além disso, devido ao calor requerido para evaporar a água do sistema, a atomização não é recomendável para materiais sensíveis ao calor, RISCH (1993)

3.5. UMIDADE DE EQUILÍBRIO

A água é o constituinte presente em maior concentração em alimentos frescos. Sua influência na palatibilidade, digestibilidade, estrutura física e manuseio do material alimentício é considerável. Praticamente todos os processos deteriorativos que ocorrem com os alimentos são influenciados pela sua concentração e sua mobilidade. A intensidade e a taxa desta deterioração podem ser caracterizadas pela atividade de água, WOLF, SPIESS, e JUNG (1985).

A relação existente entre a água e os outros componentes de um produto definem a sua higroscopicidade que é muito marcante nos produtos alimentícios e torna-se uma característica fundamental a influenciar os processos de manuseio, processamento, estocagem e consumo de materiais biológicos, LABUZA (1986).

Quando um material biológico é exposto a uma determinada umidade, ele reage no sentido de ajustar sua própria umidade a uma condição de equilíbrio com o ambiente. Este ajuste ocorre quando a pressão de vapor de água na superfície do material se iguala à pressão de vapor de água do ar que o envolve, TREYBAL (1963).

O nível de umidade que o produto alcança, quando deixado em contato com uma determinada condição atmosférica por um longo período de tempo, é definido como umidade de equilíbrio, GUSTAFSON e HALL (1974).

No equilíbrio, a atividade de água (a_w) está relacionada com a umidade relativa (UR) do ambiente através da Equação 4, IGLESIAS e CHIRIFE (1982):

$$a_w = \frac{P}{P_0} = \% \frac{UR}{100} \quad (\text{Eq. 4})$$

O estudo da atividade de água pode ser feito através de isotermas, que consistem em curvas que descrevem a relação entre o conteúdo de umidade dos alimentos e a atividade de água (a_w) para temperatura e pressão constantes, IGLESIAS e CHIRIFE (1982).

Uma isoterma de sorção pode ser obtida em duas direções: adsorção e dessorção. A primeira é feita quando um material completamente seco é colocado em várias atmosferas, aumentando a umidade relativa e medindo o aumento de peso devido ao ganho de água. Na segunda, o material inicialmente úmido é colocado sob as mesmas condições ambientais utilizadas na adsorção, sendo medida a perda de peso, devido à saída de água. Segundo LABUZA (1968), essas curvas, que teoricamente são idênticas, não se sobrepõem na prática. É comum haver diferenças entre as isotermas de dessorção e adsorção com os valores obtidos por determinações experimentais, esse fenômeno é denominado de histerese (Figura 4). As razões para que este fenômeno ocorra não são muito claras.

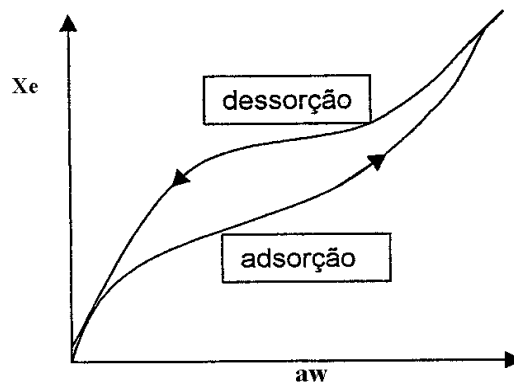


Figura 4 – Isotermas de adsorção e dessorção, mostrando o fenômeno de histerese

Segundo o mesmo autor, algumas teorias tentam explicar o fenômeno da histerese, todas elas baseiam-se no efeito da água condensando em capilares.

Explica-se a histerese como uma mudança no ângulo de contato entre adsorção e dessorção. O ângulo de contato é mostrado na equação de Kelvin (Equação 5), que faz a previsão do ganho de umidade: Segundo a equação de Kelvin, um maior ângulo de contato seria esperado para a adsorção, pois a água deve umedecer a superfície do sólido; para a dessorção, a superfície está inteiramente molhada e, deste modo, o ângulo de contato seria zero. As diferenças no ângulo produziriam o desvio observado na dessorção. Esse fenômeno faz com que o teor de umidade do produto que apresenta histerese seja sempre menor no equilíbrio obtido por adsorção do que na dessorção.

$$a_w = \frac{P}{P_o} = \exp\left[\frac{-2\sigma \cos \theta V_o}{rRT}\right] \quad (\text{Eq. 5})$$

Isotermas de sorção são importantes na análise e montagem de vários processos alimentares, tais como preservação, secagem, embalagem e mistura. As isotermas de sorção podem ser usadas para

prever mudanças na estabilidade do alimento e para selecionar o material de embalagem e ingredientes apropriados ZHANG et al. (1996).

A forma das isotermas de sorção para a maioria dos alimentos é sigmoidal. Como o comportamento da sorção de água do material é determinado por sua composição química e pelo estado físico químico de seus constituintes, as isotermas dos produtos alimentícios diferem consideravelmente: produtos com amido, incluindo os cereais, absorvem mais água a baixas atividades de água, comparando com produtos ricos em proteína, como a carne. Açúcares, em geral, representam um grupo de materiais que exibem dois comportamentos na sorção. No estado amorfo são mais higroscópicos que no estado cristalino WOLF, SPIESS, e JUNG (1985).

De acordo com LABUZA (1968), LOMAURO, BAKSHI e LABUZA (1985), uma isoterma de sorção pode ser dividida em três regiões dependendo do estado físico da água presente. A primeira região cobre uma faixa de atividade de água entre zero e 0,35 e representa a adsorção de um filme de água monomolecular. A segunda região cobre a faixa de 0,35 a 0,60 de atividade de água, e representa a adsorção das camadas adicionais de água acima da monocamada. A terceira região, acima de 0,60 representa a água condensada nos poros do material seguida pela dissolução de materiais solúveis presentes.

As isotermas podem ser classificadas de acordo com os formatos, que apresentam cinco tipos, que estão mostrados na Figura 5. As isotermas dos tipos I, IV e V não são de interesse para a área de alimentos de acordo com BRUNAUER, EMMETT e TELLER. (1938).

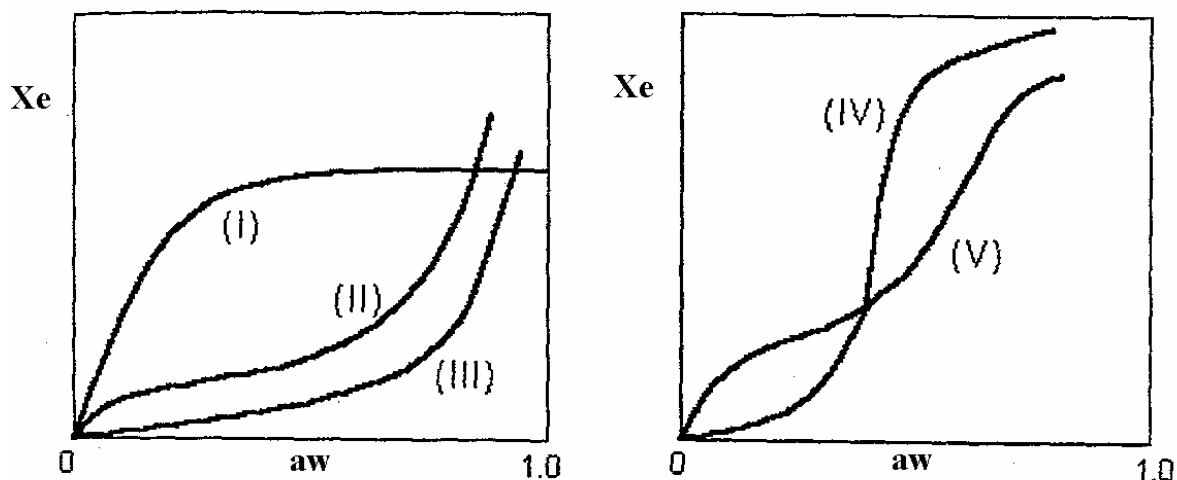


Figura 5 - Tipos de formato de isotermas de adsorção (segundo BET, 1938)

Alimentos com alto teor de açúcar, como a maior parte das frutas, tem isotermas de sorção que se assemelham tanto a isotermas do tipo II com baixo valor da constante C_{BET} quanto a isotermas tipo III, de acordo com a classificação de BET. Nas isotermas do tipo II, a primeira inflexão da curva depende do valor numérico de C_{BET} , e o ângulo se torna menos agudo quando o valor da constante diminui. Quando C_{BET} tem um valor positivo menor que 2, o resultado é uma curva com formato de isoterma tipo III, a curva agora é inteiramente convexa em relação ao eixo de atividade de água. Nestes alimentos, os sólidos solúveis (na maioria açúcares) adsorvem pouca água a baixa umidade relativa e a sorção é principalmente devida aos polímeros que geralmente acompanham os açúcares. Com o aumento da umidade relativa, a sorção aumenta consideravelmente levando à dissolução dos açúcares.

3.5.1. Métodos de medida

Para a determinação experimental da umidade de equilíbrio, é necessário um ambiente condicionado ao qual a amostra será submetida. O ambiente é preparado de forma que sejam constantes a umidade relativa e a temperatura.

Os métodos experimentais para a obtenção das curvas de sorção foram classificados por GAL (1975):

a) Métodos gravimétricos: consistem na determinação de mudança de peso das amostras em equilíbrio com diferentes pressões de vapor.

a.1) Métodos com registro contínuo de mudança de peso: a balança é parte integrante do sistema e as mudanças de peso são determinadas sem interrupção do processo de sorção.

a.2) Métodos dinâmicos: a circulação de ar transfere o vapor de água para a amostra (adsorção) e da amostra para o ar (dessorção). A maioria dos equipamentos que utilizam este método são automatizados, permitindo a programação e controle da atividade de água e automação durante a operação de pesagem.

a.3) Método com registro descontínuo de mudança de peso: a balança não é parte integrante do sistema e as amostras, condicionadas em diferentes umidades relativas, têm sua umidade determinada por métodos apropriados em operações separadas. Através deste métodos é possível o exame visual das amostras e a observação de mudanças físicas, como encolhimento, endurecimento, entre outros.

a.3.1) Sistemas estáticos: as amostras são colocadas em dessecadores contendo soluções salinas saturadas ou solução de ácidos até atingir o equilíbrio, que é detectado pelo peso constante da amostra de umidade relativa conhecida.

a.3.2) Sistemas dinâmicos: são equipamentos que foram construídos com o mesmo princípio do sistema estático, com a adição de um ventilador ao conjunto, para permitir a circulação do ar entre as amostras, diminuindo o tempo para atingir o equilíbrio.

b) Métodos manométrico e higrométrico: utilizados em processo de controle de qualidade para a determinação rápida de atividade de água.

c) Métodos especiais: são métodos não convencionais que utilizam uma membrana de célula de alta pressão para determinar a atividade de água em materiais com alto conteúdo de umidade.

O conteúdo de umidade de equilíbrio para tomate, batata, cenoura, pimentão e cebola foi determinado por KIRANOUDIS et al. (1993) com sucesso através do método gravimétrico. TEIXEIRA NETO e QUAST (1977) usaram o método estático na determinação das isotermas de adsorção de quarenta tipos de alimentos dos quais os seguintes grupos foram incluídos: açúcar de diferentes características físicas e químicas, castanha de caju, café de diferentes graus de torração, mate, guaraná, cacau em pó, coco ralado, produtos de banana, produtos cárneos salgados e produtos diversos.

O método higrométrico foi utilizado para determinação de isotermas de sorção de manga, goiaba e abacaxi, obtendo bons resultados a 25°C e 50°C, HUBINGER et al. (1992).

KUMAR e BALASUBRAHMANYAM (1968) utilizaram soluções de sais a 27°C para obter a umidade de equilíbrio de dezesseis produtos alimentícios, dividindo-os em quatro grupos, segundo o tipo de constituinte de maior percentagem: amido, gordura, proteína e os altamente higroscópicos.

3.5.2. Modelos matemáticos

As curvas de sorção de umidade são expressas matematicamente como equações de isotermas de equilíbrio. Estas equações tornam possível prever o efeito de mudanças de temperatura e pressão na quantidade de água adsorvida ou dessorvida por um determinado produto. A determinação precisa do conteúdo de umidade de equilíbrio em produtos desidratados fornece informações valiosas na termodinâmica de sorção de umidade. As equações de isotermas constituem uma parte essencial em toda teoria para otimização no desenvolvimento de equipamentos de secagem, NGODDY e BAKKER-ARKEMA (1970).

Muitas tentativas tem sido feitas para desenvolver modelos de sorção de umidade para materiais biológicos. Entretanto, em termos das teorias de sorção, pode-se dizer que não existe na literatura um modelo genericamente satisfatório de sorção de umidade para materiais biológicos. A razão primária para essa inadequação universal é que as teorias que originam o modelo de sorção é emanada de um dos três conceitos fundamentais; o qual não é auto-suficiente como teoria exclusiva de sorção: a) teoria de adsorção de Polanyi; b) teoria de BET de adsorção das multicamada, e suas numerosas modificações e c) teoria de condensação capilar de Zsigmondy, NGODDY e BAKKER-ARKEMA (1970).

Embora um grande número de equações teóricas, semi-empíricas e empíricas, tenham sido propostos para o cálculo da umidade de equilíbrio, segundo BROOKER, ARKEMA e HALL (1974), nenhuma equação teórica é ainda capaz de prever exatamente a umidade de equilíbrio de produtos agrícolas, em uma ampla faixa de temperatura e umidade relativa.

PARK e NOGUEIRA (1992) apresentaram uma conceituação do modelo de BET, chegando até a sua extensão, o modelo de GAB. Concluíram que por apresentar três parâmetros a serem estimados (X_m , C_{BET} , n) e sendo uma equação polinomial de grau maior que 2, dependendo do valor numérico de n estimado, o modelo de BET na sua forma original possivelmente apresentará um melhor ajuste dos dados experimentais.

Existem inúmeras equações na literatura que são utilizadas para representar as curvas experimentais de sorção de alimentos, sendo algumas apresentadas abaixo, CHIRIFE e IGLESIAS, (1978), e VALENTINI et al. (1997).

1. Equação de BET:(BRUNAUER, EMMET e TELLER, 1938): é provavelmente a equação mais utilizada, sendo baseada no conceito de LANGMUIR (1918) de adsorção de água na monocamada molecular. A relação entre atividade de água e umidade de equilíbrio é descrita conforme equação 6:

$$X_e = \frac{(X_m \cdot C_{BET} \cdot a_w) \cdot (1 - (n+1) \cdot a_w^n + n \cdot a_w^{n+1})}{(1 - a_w) \cdot (1 + (C_{BET} - 1) \cdot a_w - C_{BET} \cdot a_w^{n+1})} \quad (\text{Eq. 6})$$

C_{BET} está relacionada ao calor de sorção da camada molecular, sendo (equação 7):

$$C_{BET} = K' \exp \left[\frac{\Delta H_{BET}}{RT} \right] \quad (\text{Eq. 7})$$

2. Equação BET linearizada: constitui um caso especial da equação de BET, quando n tende a um valor infinito. Esse modelo restringe o ajuste a dois parâmetros, X_m e C_{BET} , e tem apresentado um ajuste satisfatório para a atividade de água entre 0,1 e 0,5, LABUZA (1968). A equação 8 mostra a forma linearizada do modelo de BET.

$$X = \frac{X_m C_{BET} a_w}{(1 - a_w)[1 - (C_{BET} - 1)a_w]} \quad (\text{Eq. 8})$$

3. Equação de GAB (Guggenheim-Anderson-De Boer): constitui em uma extensão do modelo BET, sendo introduzida por van der BERG (1984) para padronizar a descrição e comparação do material biológico. A equação de GAB é uma equação de três parâmetros (equação 9):

$$X_e = \frac{Xm \cdot C_{GAB} \cdot K_{GAB} \cdot a_w}{(1 - K_{GAB} \cdot a_w) \cdot (1 - K \cdot a_w + C_{GAB} \cdot K_{GAB} \cdot a_w)} \quad (\text{Eq. 9})$$

Em que C_{GAB} e K_{GAB} são constantes de adsorção relacionadas com as interações energéticas entre moléculas da monocamada e as subseqüentes, em um dado sítio de sorção, e são mostardas nas equações 10 e 11:

$$C_{GAB} = c' \cdot \exp\left[\frac{(H_m - H_n)}{RT}\right] \quad (\text{Eq. 10})$$

$$K_{GAB} = k \cdot \exp\left[\frac{H_L - H_n}{RT}\right] \quad (\text{Eq. 11})$$

As vantagens da utilização do modelo GAB são a descrição da sorção de alimentos em uma faixa de atividade de água de 0,1 a 0,9; é uma equação matemática de três parâmetros simples; é capaz de descrever algum efeito da temperatura no processo de sorção; e de possuir base teórica fundamentada.

4. Equação de Halsey (1948): considera a condensação da multicamada a uma distância relativamente grande da superfície. A equação 12 mostra esta relação:

$$a_w = \exp\left[\frac{-A}{X_e^B}\right] \quad (\text{Eq. 12})$$

5. Equação de Oswin: ajusta cerca de 57% das isotermas de alimentos, segundo LOMAURO, BAKSHI e LABUZA (1985), e é mostrada na equação 13.

$$X_e = C \cdot \left(\frac{a_w}{1-a_w}\right)^{D'} \quad (\text{Eq. 13})$$

6. Equação de Peleg: representa um modelo com quatro parâmetros para ajustar os dados de isotermas de sorção, e é mostrada na equação 14. A restrição para esta equação é $n_1 < 1$ e $n_2 > 1$.

$$X_e = k_1 \cdot a_w^{n_1} + k_2 \cdot a_w^{n_2} \quad (\text{Eq. 14})$$

7. Equação de Iglesias e Chirife: a análise do fenômeno de sorção em alimentos com alto conteúdo de açúcar, como a maioria das frutas, é afetada pela a dissolução de açúcares, e por esta razão a predição teórica da isoterma é difícil. Os autores propuseram a equação 15, empírica, que descreve o comportamento de muitas frutas e outros produtos com alto teor de açúcar:

$$\ln\left(X_e + \sqrt{(X_e^2 + X_{0,5})}\right) = b' a_w + p' \quad (\text{Eq. 15})$$

Esta equação descreveu adequadamente o conteúdo de umidade de equilíbrio de nove alimentos diferentes que possuíam alto teor de açúcar, entre estes, banana, “grapefruit”, pêssego, pêra, abacaxi e morango.

8. Equação de Henderson (1952): é uma das equações empíricas mais utilizadas para ajuste de dados experimentais de umidade de equilíbrio, principalmente dos grãos.

$$1 - a_w = \exp(-c T X_e^h) \quad (\text{Eq. 16})$$

c e h dependem da temperatura e natureza do produto.

9. Equação de Langmuir: termodinamicamente falando, a posição simplista da consideração de condição de equilíbrio aplicada à água livre fornece a taxa de evaporação idêntica à taxa de condensação, pois o gás está em equilíbrio com o líquido da superfície.

Baseado nessa premissa, LANGMUIR (1918) propõe a equação 17:

$$\frac{X_e}{X_m} = \frac{C_{LAN} + a_w}{1 + C_{LAN} + a_w} \quad (\text{Eq. 17})$$

Onde:

$$C_{LAN} = \delta \times \exp\left(\frac{H_1 - H_L}{RT}\right) \quad (\text{Eq. 18})$$

10. Equação de Chung e Pfof: este modelo é baseado diretamente no princípio de que as mudanças de energias livre para sorção é relacionada ao conteúdo de umidade. A equação 19 descreve este modelo, mas não pode ser usada para estimar o efeito da temperatura já que o uso do termo T não elimina a dependência da temperatura dos termos d e e , CHIRIFE e IGLESIAS (1978).

$$\ln a_w = -\frac{d}{RT} \exp(-eX_e) \quad (\text{Eq. 19})$$

KIRANOUDIS et al. (1993) fizeram um ajuste de isothermas de desorção de batata, cenoura, tomate, pimentão e cebola, com o modelo de GAB, usando regressão não linear. Este modelo foi considerado satisfatório para a predição dos dados experimentais obtidos.

Isothermas de desorção para batata, cenoura, tomate e pimentão também foram estudados por ZHANG et al. (1996). Além do modelo GAB, os modelos de Halsey e de Iglesias e Chirife foram utilizados. Os modelos de GAB e de Iglesias e Chirife descreveram satisfatoriamente os dados obtidos experimentalmente.

Dados de isothermas de frutas, vegetais, produtos cárneos, condimentos, leite, café, entre outros, foram analisados por LOMAURO, BASKI e LABUZA (1985), utilizando três equações de dois parâmetros e uma equação de três parâmetros (equação de GAB). A equação de três parâmetros apresentou melhores ajustes aos dados de isothermas que as equações de dois parâmetros (Halsey, Oswin e Iglesias e Chirife).

IGLESIAS e CHIRIFE (1976) calcularam o conteúdo de umidade na monocamada de BET (X_m) a partir de dados de literatura de isothermas de sorção de umidade para uma grande variedade de alimentos, através do modelo linearizado de BET. Concluíram que o valor de X_m diminui significativamente com o aumento da temperatura e que isto pode ser atribuído a redução do número de zonas ativas como resultado de mudanças físicas e/ou químicas induzidas pela temperatura.

AZOUBEL (1999) determinou as isothermas de dessorção nas temperaturas de 50°C e 70°C, na faixa de umidade relativa de 10,75% a 81,20%, para tomate cereja fresco e desidratado osmoticamente. Concluiu que o melhor ajuste dos dados experimentais para a fruta fresca, foi a equação de GAB, enquanto que para a fruta desidratada foi a equação de Halsey.

3.6. PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

A metodologia de superfície de resposta (RSM) é uma técnica que tem sido aplicada com sucesso na otimização de processos alimentícios, e consiste em um grupo de procedimentos matemáticos e estatísticos que são usados para estudar a relação entre uma ou mais respostas (variáveis dependentes) e um número de fatores (variáveis independentes). Esta metodologia gera um modelo matemático que descreve o processo em estudo de acordo com BARROS NETO, SCARMINIO e BRUNS (1996), e DINIZ e MARTIN (1996). O planejamento experimental fatorial associado à técnica de RSM dá informações seguras do processo, reduzindo soluções empíricas que envolvem técnicas de tentativa e erro, BOX, HUNTER e HUNTER (1978). Usando esta técnica para realizar os ensaios experimentais, é possível estimar os efeitos principais das variáveis na resposta ou variável dependente. A tabela de análise de variância dá informações sobre o quanto foi bom o ajuste, sendo possível propor o modelo probabilístico que correlaciona a resposta em função das variáveis estudadas, construindo a superfície de resposta para determinar a faixa ótima de operação, segundo RODRIGUES, KALIL, e MAUGERI (1998).

Esta metodologia tem sido aplicada em muitos trabalhos científicos na análise e otimização de processos.

BROADHEAD et al. (1994) estudaram o efeito das variáveis de processo e de formulação nas propriedades de beta-galactosidase desidratada por atomização, através de metodologia estatística de planejamento experimental. As variáveis respostas avaliadas foram rendimento do produto, atividade enzimática residual, conteúdo de umidade e tamanho e aparência da partícula. O maior rendimento do

produto foi obtido quando as temperaturas da saída do secador estavam relativamente altas, resultando numa extensa desnaturação protéica. Foram utilizados como estabilizantes manitol, sacarose, hidrocloreto de arginina e trealose, visando preservar a atividade enzimática da proteína. Foi selecionada uma formulação contendo 6% de betagalactosidase e 10% de trealose em água deionizada, temperatura de entrada e saída de 140°C e 95°C, respectivamente, que resultaram em rendimento da atividade total do produto superior a 70% da atividade total do produto com umidade de 2 a 5% e tamanho da partícula de 24µm.

BILLON, BATAILLE e CASSANAS (2000) com o objetivo de otimizar condições operacionais e maximizar o rendimento de produção minimizando o conteúdo de umidade, utilizaram planejamento experimental de superfície de resposta no desenvolvimento de micropartículas de acetaminophen. Esta metodologia prevê o ajuste simultâneo dos parâmetros, podendo gerar modelos probabilísticos que servirão para operacionalizar processos de forma otimizada. Foram investigados o efeito de cinco parâmetros no rendimento de produção e conteúdo de umidade de produtos atomizados. Os fatores consistiram nas características da solução de alimentação, como (1) concentração da droga, (2) concentração de sílica coloidal e (3) relação polímero/droga e nas condições operacionais do processo de atomização (4) temperatura de entrada e (5) taxa de alimentação. Foram testadas três formulações contendo derivados de celulose e acetaminophen. Encontraram que os fatores mais significativos foram a temperatura de entrada, a taxa de alimentação e sua interação para as formulações contendo carboximetilcelulose sódica, e apenas a taxa de alimentação e concentração de sílica coloidal para formulação contendo celulose microcristalina. Foram obtidos rendimento acima de 80% e conteúdo de umidade de 1%, sendo o modelo quadrático adequado para descrever o processo.

A metodologia de análise de superfície de resposta foi aplicada na preparação de tabletes contendo alta concentração de extrato vegetal obtido por spray drying, por LINDEN et al. (2000). Foram selecionados para a formulação dióxido de silicone coloidal, como umectante, carboximetilcelulose (CMC) como desintegrante, celulose microcristalina como veículo ligante e fosfato de cálcio como ingrediente auxiliar no spray drying. Eles concluíram que a proporção de dióxido de silicone coloidal aumenta a firmeza e a proporção de CMC determina um decréscimo linear do tempo de desintegração, que ficou em 7,35 minutos.

DIB TAXI (2001), otimizou o processo de secagem por atomização de suco de camu-camu microencapsulado através de um planejamento fatorial completo. Foram utilizados como agentes encapsulantes o amido hidrolisado (maltodextrina) e a goma arábica. A temperatura do ar de secagem e

a concentração do material de parede foram as variáveis escolhidas para avaliar o processo. Foi observado que tanto a temperatura de entrada do material de secagem quanto o teor de encapsulante, assim como a interação entre essas duas variáveis apresentaram efeito significativo e positivo, ao nível de 5% de probabilidade sobre o rendimento do suco em pó.

3.6.1. Metodologia “Split-plot”

Nos últimos trinta anos métodos multivariados de otimização vem sendo aplicados cada vez com mais frequência em laboratórios químicos, BARROS NETO, SCARMINIO e BRUNS (1996). Seus usos na indústria são até mais comuns do que na universidade, pois além de pesquisa e desenvolvimento, o laboratório industrial precisa se preocupar com controle de qualidade, otimização de produtos e manutenção de ambiente.

Métodos multivariados de otimização baseados em conceitos estatísticos estão tendo bastante sucesso por várias razões. Primeiro, interações entre fatores somente podem ser descobertas usando-se estratégias multivariadas. O método clássico é univariado, onde cada fator é otimizado separadamente dos outros. Experimentos são feitos mantendo todos os fatores constantes variando-se somente o valor (nível) de um fator. Após isto, os níveis dos outros fatores são variados da mesma maneira, um cada vez, até o melhor resultado ser obtido. Entretanto, este procedimento não é eficiente porque o valor otimizado de um fator depende dos valores dos outros fatores, ANDERSON e BANCROFT (1952), e BOX, HUNTER e HUNTER (1978).

Segundo, os parâmetros calculados para modelos multivariados são mais precisos do que as medidas individuais usadas para determinar o modelo, WOODIING (1973). Esta, talvez surpreendente, constatação é baseada no teorema do limite central da estatística - o mesmo teorema que comprova que o erro no valor médio é menor do que o erro de uma observação individual. Como os parâmetros dos modelos multivariados, chamados efeitos, são diferenças entre médias, estes são mais precisos do que as observações individuais, CORNELL (1988).

Terceiro, planejamentos multivariados economizam experimentos, isto é otimizações são conseguidas usando menos tempo, menos material e de uma maneira bem mais segura. O pesquisador pode sistematizar seu trabalho usando métodos multivariados numa maneira bem mais objetiva do que usando métodos convencionais de otimização. Isto acontece porque métodos multivariados tratam

todos os fatores a serem otimizados com a mesma importância, eliminando possíveis preconceitos errados por razão de nossa intuição química que nem sempre é correta.

Em resumo, métodos multivariados de otimização têm maior aplicabilidade, menor custo e maior precisão do que métodos univariados. Além disto, as vantagens de usar métodos multivariados em relação aos univariados aumentam quando o número de fatores a serem otimizados aumentam, WOODIING (1973).

Em geral existem dois tipos de variáveis ou fatores a serem otimizados. Um tipo de fator, chamado fator de processo, permite ajustes de qualquer fator independentemente dos valores dos outros fatores. A resposta ou resultado da otimização depende dos valores absolutos dos fatores empregados. Um outro tipo de fator, chamado variável de mistura, não pode ser ajustado independentemente dos outros fatores estudados. A resposta depende somente das proporções empregadas destes fatores. Aplicações multivariadas que otimizam somente os valores de variáveis (fatores) de processos ou somente valores de variáveis de misturas estão ficando relativamente comuns em laboratórios de química e engenharia química, CORNELL (1975) e (1977). Mas estudos ajustando os dois tipos de fatores simultaneamente são bastante raros, especialmente em estudos químicos. Se existirem efeitos de interação entre variáveis de processo e variáveis de mistura as condições de otimização dificilmente serão descobertas usando procedimentos restritos a um tipo de variável. Por isto, métodos gerais tratando os dois tipos de variáveis são importantes e planejamentos experimentais envolvendo ensaios em que todas as variáveis de processo e de mistura são ajustadas simultaneamente são necessários, CORNELL (1971).

Para realizar a otimização de sistemas, contendo variáveis de processo e de mistura, há um custo muito alto a se pagar com métodos tradicionais que empregam total aleatoriedade das medidas. Estes métodos são difíceis de executar e podem exigir muito tempo. O método ideal para evitar estes problemas operacionais chama-se "split-plot". Neste método uma grande simplificação é introduzida na rotina de trabalho, porque as variáveis de processo ou de mistura podem ser tratadas em blocos. Por exemplo, as misturas poderão ser testadas em blocos para cada combinação de variáveis de processo. Neste caso, somente as combinações de variáveis de processo são executadas aleatoriamente. Se mudanças nos níveis das variáveis de processo são difíceis ou demoram muito (como, por exemplo, a necessidade de esperar equilíbrios térmicos no sistema sendo investigado em problemas envolvendo otimização de temperatura) todas as formulações podem ser preparadas e testadas em paralelo

resultando em economia considerável de tempo e esforço. Vale notar que os papéis das variáveis de processo e mistura podem ser trocados, BORTOLOTTI (2001).

O método "split-plot" permite uma grande simplificação na rotina de trabalho de um planejamento experimental. Problemas de otimização envolvendo muitos fatores, para os quais a aleatorização completa de execução dos ensaios é inviável, podem ser resolvidos. Mas há um custo a pagar. A simplificação na execução dos experimentos resulta em análises estatísticas bem mais complicadas do que as encontradas em conjuntos de experimentos completamente aleatorizados. BORTOLOTTI (2001) desenvolveu um trabalho onde mostrou como problemas deste tipo podem ser resolvidos em química e engenharia, desenvolvendo um software onde buscou não só facilitar a análise dos resultados de planejamentos "split-plot", como também simplificar mais ainda a condução dos experimentos no laboratório.

3.7. MICROESTRUTURA DE ALIMENTOS

De acordo com AGUILERA e STANLEY (1990), define-se como microestrutura de alimentos a organização dos componentes de um alimento e suas interações. Ao sofrer processamento, a microestrutura do alimento é destruída e reconstruída, o que poderia ser entendido como uma série de operações de reestruturação e reorganização.

O conhecimento da microestrutura de alimentos está agora sendo reconhecido como um pré-requisito necessário para entender suas propriedades. Todos aqueles que têm interesse em descrever, prever e controlar o comportamento de materiais alimentícios reconhecem a importância do verdadeiro conhecimento da maneira como os componentes estão organizados, já que existe uma conexão causal entre estrutura e funcionalidade. Os métodos para processamento de alimentos podem ser baseados na constatação de que mudanças na microestrutura afetam as propriedades do produto. Desse modo, técnicas de análise de microestrutura são necessárias para entender as relações estrutura-propriedades.

Pesquisadores dessa área são beneficiados pelo surgimento de novas técnicas disponíveis para examinar a microestrutura de alimentos e para a análise de imagens.

Uma grande variedade de nova instrumentação se tornou disponível para conhecer a microestrutura de alimentos. Algumas delas vão ser discutidas aqui, porém, muitas outras técnicas e aplicações estão disponíveis. A ciência de materiais alimentícios se tornou uma área de grande

crescimento dentro do campo da ciência de alimentos durante esta década, conforme importantes conceitos científicos foram introduzidos e aceitos. Essa disciplina se preocupa com as propriedades e mudou o modo com que olhamos as estruturas de materiais alimentícios.

3.7.1. Técnicas de análise da microestrutura de produtos alimentícios, segundo AGUILERA e STANLEY (1993)

3.7.1.1. Microscopia ótica

Embora o advento das lentes eletrônicas tenha feito com que a microscopia ótica (MO) fosse deixada de lado em estudos estruturais, a descoberta da versatilidade desse instrumento, combinada com a facilidade de uso e preparo da amostra, está fazendo dele uma ferramenta indispensável para o cientista de alimentos.

- **Campo Brillhante**

A aplicação mais comum da microscopia ótica é a iluminação de campo brilhante em que a luz é transmitida de baixo através de um pequeno pedaço ou secção de material. A imagem é formada acima da amostra num tubo e visto por uma ocular com o tamanho ampliado a aproximadamente 10 a 100 vezes. Os espécimes são examinados a pressão atmosférica normal e não precisam ser desidratadas. Além disso, a preparação de amostras é relativamente fácil. Um dos recursos mais comuns da microscopia ótica de campo iluminado é aplicar tintura ou corante para aumentar o contraste ou diferenciar tecidos.

- **Contraste de fase/ interferência diferencial**

Na microscopia ótica, a coloração é um processo útil porque tecidos biológicos são comumente incolores e não oferecem contraste. Alternativamente, o contraste pode ser aumentado por lente de contraste de fase ou contraste de interferência diferencial na qual a fase da luz é alterada e então recombinada para gerar melhor diferenciação. Apesar desses dois processos gerarem imagens similares, eles empregam diferentes técnicas para modificar a imagem.

A imagem de contraste de fase é caracterizada pelo contraste realçado e visibilidade de tecidos incolores enquanto a imagem de contraste de interferência diferencial tem uma aparência distinta e

pequena profundidade. O contraste nos dois métodos depende do grau de diferença do índice de refração do material transparente em relação ao seu meio. Deste modo, em alguns casos o contraste de fase fornece a melhor imagem enquanto em outros o contraste de interferência diferencial fornece resultado superior. Um método não substitui o outro, na verdade, são complementares.

- **Microscopia de Polarização**

A microscopia de polarização tem muitas aplicações para o estudo da estrutura de alimentos. Nesta forma de microscopia ótica, a luz polarizada plana (luz que vibra em uma só direção) pode tocar a amostra. Se o material contiver estruturas não isotrópicas ou birefringentes (isto é, aquelas capazes de rotacionar o plano de luz), o raio de luz emergente vai ser alterado por torção e vai ser parcialmente extinguido. Por outro lado, substâncias isotrópicas só tem um índice de refração e não vão rotacionar a luz polarizada.

Exemplos comuns do uso de microscopia de polarização incluem o seguinte: fibras musculares, formas e tamanhos de amidos e microestrutura de lipídios.

- **Microscopia de Fluorescência**

A microscopia de fluorescência é uma técnica em que amostras que são fluorescentes (a fluorescência pode ser natural ou induzida) têm suas emissões analisadas microscopicamente. É útil para o cientista de alimentos porque pode detectar substâncias em baixas concentrações, além de permitir uma visualização de materiais que não podem ser observados com outros métodos de microscopia ótica.

Há substâncias com fluorescência natural, que têm a capacidade de alto fluorescência. Para o cientista de alimentos, aquelas que interessam do ponto de vista estrutural incluem fibras de colágeno e elastina do tecido animal, ligninas e vários compostos fenólicos menores ligados a paredes de células de tecido vegetal. Infelizmente, essa fluorescência desaparece, o que freqüentemente diminui um exame detalhado e fotografia. No entanto, amostras podem ser tratadas para assegurar emissões mais fortes. Corantes fluorescentes tendem a ser bastante específicos.

Um exemplo prático da microscopia de fluorescência para estudar a microestrutura de alimentos é a investigação do conteúdo de lignina em aspargos.

- **Microespectrofotometria**

Um avanço mais recente da microscopia ótica surgiu da necessidade de quantificar os níveis de componentes intracelulares. O conceito de microespectrofotometria é similar ao da espectrofotometria convencional, no qual a quantidade de luz monocromática que passa através de uma solução colorida é medida. No procedimento microscópico a luz passa através de uma amostra e a quantidade transmitida é medida. As aplicações dessa técnica incluem a determinação de ácidos nucleicos, proteínas, enzimas, pigmentos e hormônios.

3.7.1.2. Microscopia Eletrônica de transmissão (MET)

Simplees equipamentos de microscopia eletrônica de transmissão se tornaram disponíveis no final dos anos 30, e logo ficou evidente que produziam resolução melhor que da microscopia ótica.

Em sua forma mais simples, a MET parece-se com uma MO invertida. Um revólver eletrônico (filamento de tungstênio) é aquecido e emite estreitos raios de elétrons que viajam em alta velocidade. A voltagem aplicada para se obter essa aceleração é da ordem de 4 a 100kV. O raio de elétrons substitui a lâmpada da MO e age como uma fonte de iluminação. Para focalizar os elétrons, usamos o fato de que o feixe de elétrons será desviado por um campo magnético e lentes magnéticas podem ser empregadas de modo análogo ao de lentes convergentes de vidro num feixe de luz. Como o olho humano não é sensível a elétrons, a imagem final, formada por elétrons que passaram pela amostra, é focada numa tela fluorescente ou numa chapa fotográfica. A Figura 6 compara MO e MET.

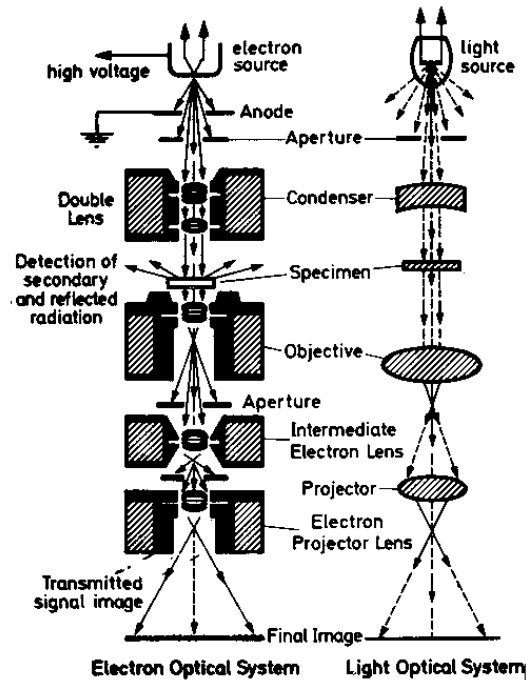


Figura 6 – Representação esquemática do microscópio ótico (à direita) e microscópio eletrônico de transmissão (à esquerda). Fonte: Kessel e Shih (1974).

Entretanto, a grande diferença entre microscópios ópticos e eletrônicos é que os elétrons precisam de um grande vácuo para viajar as distâncias usadas na microscopia eletrônica. Vácuos da ordem de 10^{-4} - 10^{-5} torr (pressão atmosférica = 760torr) são requeridos e produzidos pela ação de uma bomba de difusão trabalhando em conjunto com uma bomba de óleo rotativa. Essa necessidade de um meio sob alto vácuo combinada com a necessidade de um potente feixe de elétrons para passar através do material analisado limita severamente os tipos de amostras que podem ser examinadas; elas devem ser totalmente secas, extremamente finas e fortes o suficiente para resistir aos danos causados pelo feixe de elétrons. Assim, deve haver grande comprometimento para se utilizar das vantagens do grande aumento proporcionado pela MET (aproximadamente 300.000 x).

Alimentos geralmente apresentam dificuldades para o microscopista por causa de sua composição heterogênea e forma física. No entanto, métodos simples foram desenvolvidos para lidar com amostras problemáticas. Amostras particularmente trabalhosas são as gorduras e alimentos que contêm gordura, já que sua microestrutura é dependente de temperatura. Muitos desses produtos são emulsões – estas apresentam suas próprias peculiaridades devido a estruturas como membranas envolvendo gotas. Enquanto a microscopia ótica de luz polarizada e Microscopia Eletrônica de Varredura podem ser utilizadas com uma boa vantagem para este tipo de trabalho, detalhes finos abaixo de 100nm em material biológico requerem MET.

3.7.1.3. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

Em vários sentidos a MEV combina as melhores características da MO e da MET. A preparação das amostras é mais simples e introduz menos artefatos. Tanto as características da superfície como internas podem ser estudadas dependendo das características das técnicas de preparação utilizadas. Uma ampla faixa de aumentos pode ser usada (20x-100.000x) e a MEV pode alcançar uma profundidade de campo aproximadamente 500 vezes maiores que a microscopia ótica.

Algumas dificuldades permanecem: a amostra ainda é exposta a alto vácuo, o que significa que desidratação total é necessária, e o material é bombardeado por um raio de elétron que pode eventualmente danificar a amostra. Mas a MEV representa uma importante ferramenta para examinar alimentos e seus componentes e já provou ser o melhor instrumento individual para estes estudos. O primeiro MEV se tornou disponível em meados dos anos 60 e relatos do seu uso em microestrutura de alimentos surgiram logo após. Em pouco tempo, desde então, este instrumento foi reconhecido por cientistas de alimentos como uma fonte primária de informação de microestrutura.

Como já foi dito anteriormente, os elétrons podem realizar a mesma função que a luz na microscopia ótica. Eles podem ser direcionados para a amostra para formar uma imagem. A maior vantagem de se utilizar um feixe de elétrons é que elétrons têm comprimento de ondas muito menor e portanto um poder de resolução maior. De qualquer forma, há muito em comum entre as duas formas de microscopia: elétrons também são gerados por um filamento aquecido de tungstênio, as lentes (eletromagnéticas, neste caso) também são utilizadas para focar o feixe na amostra e uma imagem que pode ser fotografada é formada.

Os elétrons são acelerados por uma alta voltagem, e o espaço por eles percorrido antes de atingir a amostra deve conter vácuo para que os elétrons não colidam com moléculas de gás. Quando um feixe de elétrons atinge uma secção ultrafina da amostra (aproximadamente 100nm) alguns dos elétrons incidentes vão ser transmitidos; estes serão usados para formar a imagem na MET. Mas o feixe incidente também gera elétrons próximos à superfície que podem escapar. Estes podem ser coletados para formar a topografia da amostra. Na MEV, um feixe de elétrons atravessa uma coluna evacuada e é focado obliquamente na superfície da amostra. A superfície é então escaneada de forma rasteira repetidamente, liberando elétrons secundários. A profundidade com que o elétron penetra a superfície e promove emissão secundária é uma função da voltagem da aceleração e da densidade da amostra. A Figura 7 mostra o esquema da MEV.

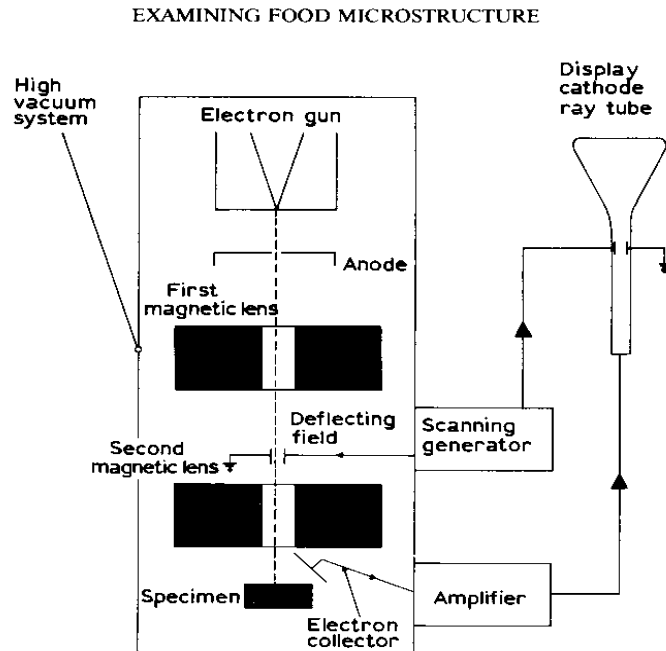


Figura 7 – Componentes básicos de um microscópio eletrônico de varredura.
Fonte: Stanley e Tung (1976).

O Quadro 3 mostra uma comparação entre as técnicas utilizadas para análise de microestrutura.

Quadro 3 – Comparação entre microscópios .

<i>Critério</i>	<i>MO</i>	<i>MET</i>	<i>MEV</i>	
Resolução (nm)	200-500	0,2-1	3-4	
Aumento (x)	10-1500	200-300 000	20-100.000	
Profundidade de foco @ 500 x (µm)	2	800	1000	
Lentes	vidro/quartzo	eletromagnéticas		
Amostra	▪ Preparação	Fácil	difícil	Fácil
	▪ Espessura	Grossa	muito fina	Reflectância
	▪ Meio	Versátil	vácuo	Vácuo
	▪ espaço disponível	Pequeno	pequeno	Grande
Imagem	olho, tela, filme	Filme, tela fluorescente	CRT, filme, processamento eletrônico	

IV. MATERIAL E MÉTODOS

4.1. MATERIAL

4.1.1. *Matéria Prima*

A chicória (*Cichorium intybus* L.) foi plantada no campo experimental do CPQBA/UNICAMP. Foram utilizadas sementes da espécie *Chicorium intybus* var. Fredônia fornecidas pela empresa produtora de sementes SAREA, da Áustria, STEINMAYR (1996).

O plantio foi realizado, em setembro em uma área de 100m², sendo este período considerado como sendo o cultivo da chicória para o ciclo de o ciclo da primavera. O espaçamento adotado foi de 50 cm entre linhas e 25 cm entre plantas. Para obtenção do espaçamento entre plantas, o desbaste foi realizado 2 semanas após o plantio. A colheita foi realizada, 120 dias após o plantio, no mês de janeiro, antes que ocorresse a floração, pois esse é o período de maior concentração de inulina nas raízes. Após a floração, a inulina presente nas raízes passa a ser quebrada em frutose para ser consumida pela planta, acarretando em um decréscimo na sua concentração, FIGUEIRA (2000).

4.1.2. *Material*

Extrato de inulina de chicória concentrado a 22°Brix, obtido das raízes da chicória colhida. Esta concentração foi estabelecida devido ao aparecimento de espumas e para evitar escurecimento excessivo no extrato.

4.1.3. *Ingredientes*

Devido às suas propriedades, normalmente são utilizadas misturas de cada material de parede, para permitir a formação de uma microcápsula com as propriedades desejadas frente a estabilidade e retenção do princípio desejado, KENYON (1995). Desta forma, foram escolhidos, para a formulação do extrato de inulina de chicória os ingredientes especificados no Quadro 4.

Quadro 4 – Especificações dos ingredientes utilizados no extrato de inulina de chicória

Características ¹	Ingrediente ¹	
	A (amido hidrolisado) ²	B (amido modificado) ³
Kcal/g	0,38	0,35
Proteína (%)	0,1	0,1
Gorduras (%)	0,1	0,1
Carboidratos totais (%)	94,5	87,5
Fibra dietética (%)	< 0,1	0,1
Cinzas (%)	0,4	0,1
Umidade (%)	4,5	12,0

1 – Informações do Manual de Qualidade do fornecedor Companhia LORENZ;

2 – Lore malt 2002 (11,25 D.E.); 3 - Dextrina 17

4.2. MÉTODOS

4.2.1. Secagem e microencapsulação

4.2.1.1. Processo de extração e secagem do extrato de inulina de chicória

A Figura 8 mostra as etapas de processamento das raízes de chicória desde a colheita até a secagem por atomização para a obtenção do extrato de inulina em pó, em escala de laboratório.

Colheita: foi realizada manualmente, sendo removidas e descartadas as partes aéreas (folhas), no Centro Pluridisciplinar de Química, Biologia e Agronomia (CPQBA), Figura 9.

Pré-processamento: envolve as etapas de lavagem, seleção e cubetagem. O beneficiamento preliminar das raízes foi executado no Instituto de Tecnologia de Alimentos (ITAL), conforme Figura 9. Após serem lavadas, as raízes foram selecionadas e cortadas em formatos de cubos de dimensões (0,01 x 0,01 x 0,003)m em picador marca URSHEL.

Extração: As raízes de chicória cubetadas foram colocadas em uma autoclave a 120°C por 20 minutos. A fase líquida foi separada da fase sólida por filtração.

Concentração: o extrato foi concentrado num evaporador a vácuo da marca PRECISION PS CIENTIFIC da GCA CORPORATION nas condições de 20 pol.Hg e temperatura de 55°C, até o extrato atingir concentração de 22°Brix.

Armazenamento: o extrato foi acondicionado em garrafas PET, sendo congelado e armazenado em freezer até o momento das análises e processo de secagem, para evitar deterioração.

Formulação: O extrato foi descongelado, sendo pesada uma massa de 400,00g em um becker em balança semi-analítica da marca MARTE modelo AS2000. A este extrato foi lentamente adicionada uma mistura de amido modificado e amido hidrolisado, nas porcentagens estabelecidas no planejamento experimental, até completa dispersão. A mistura dos ingredientes foi constituída por 50% de amido modificado e 50% de amido hidrolisado para cada percentual de material de parede considerado nos ensaios.

Secagem por atomização: para a secagem em escala de laboratório foi utilizado um mini spray drier, da marca LAB PLANT SPRAY DRIER, modelo SD-04, Figura 10, que operou com vazão de líquido de 0,15 a 0,39 kg/h e com bico atomizador de diâmetro 1 mm. As temperaturas de entrada do ar de secagem variaram de 116°C/ 214°C e as temperaturas de saída do ar de secagem variaram de 71°C a 119°C. O produto em pó coletado foi acondicionado em vidros herméticos, colocados em ambiente seco.

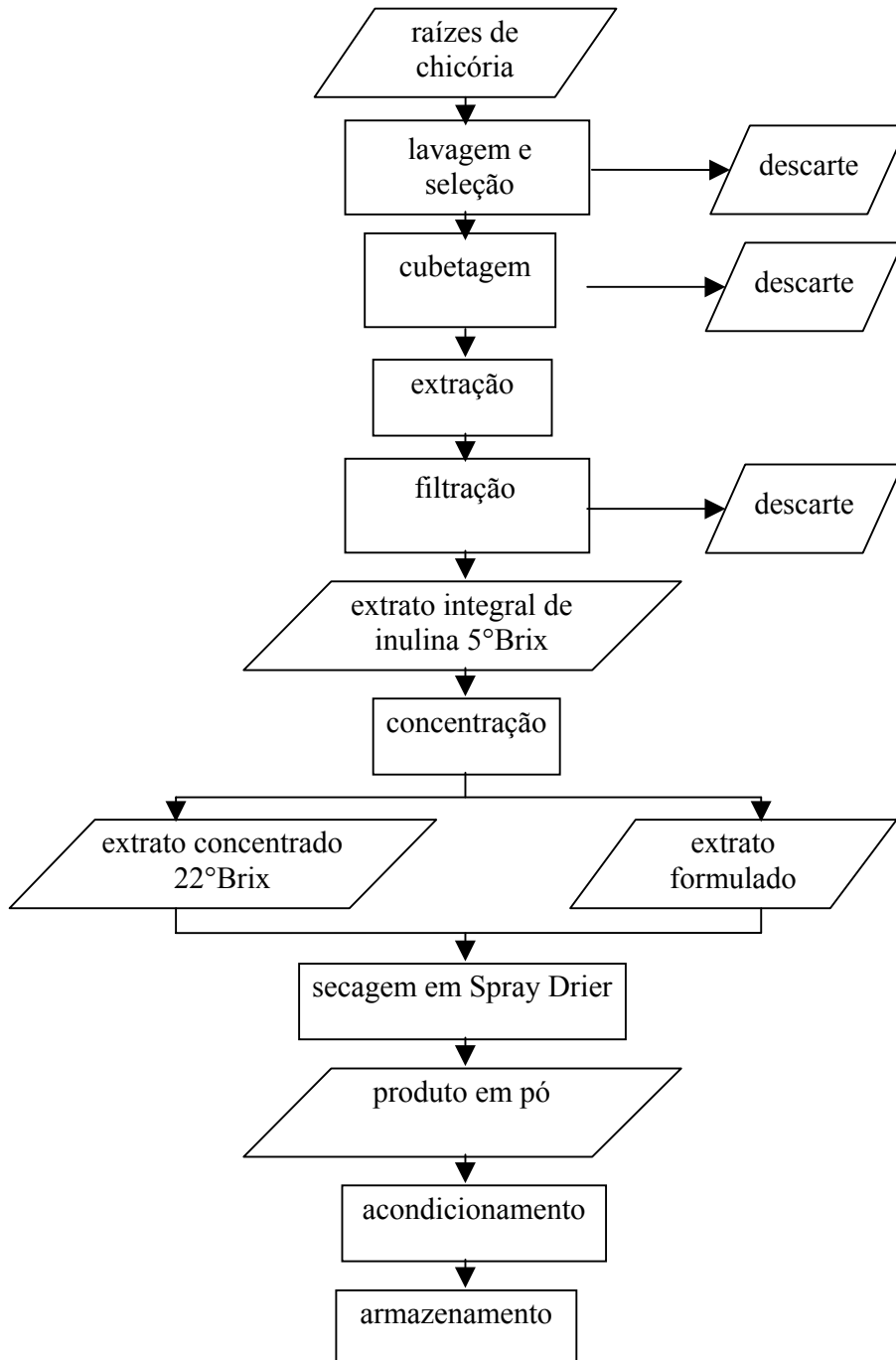


Figura 8 - Fluxograma básico de processamento de raízes de chicória para a obtenção de inulina em pó por secagem por atomização.



(a) colheita



(d) seleção



(b) colheita



(e) cubetagem



(c) lavagem



(f) raízes picadas

Figura 9 – Fases de colheita e pré-processamento das raízes de chicória.



Figura 10 – Equipamento utilizado para a secagem por atomização do extrato de inulina de chicória

4.2.1.2. Planejamento experimental para os ensaios de secagem

Os testes seguiram o planejamento experimental de acordo com BARROS NETO, SCARMINIO e BRUNS (1996), baseado na metodologia de superfície de resposta, compreendendo 4 pontos fatoriais, 4 pontos axiais, com 3 repetições no ponto central. As variáveis independentes (VI) foram: temperatura de entrada e saída (T_i/T_o) do ar de secagem, e porcentagem de ingrediente adicionado (%material de parede). O Quadro 5 mostra a matriz experimental para o planejamento fatorial completo.

Quadro 5– Níveis das variáveis codificada e real para o planejamento experimental.

ENSAIO	Variável codificada		Variável real	
	X ₁	X ₂	T _c /T _s	% MP
1	-1	-1	130/81	4,36
2	+1	-1	200/109	4,36
3	-1	+1	130/81	25,64
4	+1	+1	200/119	25,64
5	0	0	165/99	15
6	0	0	165/99	15
7	0	0	165/99	15
8	-1,41	0	116/71	15
9	+1,41	0	214/112	15
10	0	-1,41	165/97	0
11	0	+1,41	165/82	30

Número de ensaios = $2^n + 3 + 2 * n'$, sendo que $n' = 2$ variáveis;

Portanto número de ensaios = $2^2 + 3 + 2 * 2 = 11$

$\alpha = (2^{n'})^{1/4} = 1,41$

A variável dependente, ou resposta, foi o rendimento em inulina, obtido pela razão entre a massa de inulina que entra na alimentação e a massa de inulina que permanece no pó, R_{inu} . Esta metodologia segue um modelo contendo termos de primeira ordem, de segunda ordem e da interação entre os termos, conforme a Equação 20.

$$Y = b_0 + b_1 X_1 + b_2 X_2 + b_{11} X_1^2 + b_{22} X_2^2 + b_{12} X_1 X_2 \quad (\text{Eq. 20})$$

No caso, Y é a variável resposta medida, igual a R_{inu} , e foi analisada por múltipla regressão através do método que utiliza erro puro para ajustar a Equação 20, no STATISTICA versão 5.0.

4.2.1.3. Análise da concentração de inulina

A concentração de inulina em cada amostra foi determinada por cromatografia líquida a alta pressão (HPLC), em equipamento com coluna Aminex HPX-87C (250mm X 4mm), detetor de índice de refração Waters, modelo 410, bomba para HPLC Waters modelo M-45. A fase móvel foi água a 0,3ml/min e a temperatura da coluna 80°C. Foram analisadas as amostras do extrato líquido formulado que entrou na alimentação e o produto em pó obtido, para avaliar o rendimento de inulina no pó.

4.2.2. Reologia

4.2.2.1. Preparação das Suspensões Formuladas

Os percentuais estabelecidos para a formulação da mistura do extrato de chicória com os amidos foram de 5%, 10%, 15%, 20%, 25% e 30% em relação a uma massa de extrato concentrado de inulina de chicória. Estas percentagens foram escolhidas para obter o comportamento reológico da mistura considerando situações encontradas em suspensões que necessitam das formulações para a desidratação em processos de secagem por spray dryer, quando preparadas às temperaturas de 25°C, 40°C e 55°C.

O extrato foi descongelado, homogeneizado, sendo retirada e pesada uma alíquota de 20,00g em um becker em balança semi-analítica da marca MARTE modelo AS2000. A este extrato foi lentamente adicionado o amido modificado ou o amido hidrolizado ou a mistura em partes iguais de ambos (50%/50%), nas porcentagens estabelecidas de 5%, 10%, 15%, 20%, 25% e 30%, até completa dispersão. Esta suspensão foi transferida para o copo do viscosímetro para que fossem efetuadas as leituras após a estabilização da temperatura.

4.2.2.2. Medidas reológicas

Todas as medidas foram obtidas em um viscosímetro rotacional com spindle, do tipo BROOKFIELD modelo LV, com sistemas de sensores SC-18 e SC-34. O sensor SC-18 foi usado para efetuar as medidas reológicas do extrato puro nas temperaturas de 25°C, 40°C e 55°C; das suspensões contendo 5% a 15% de amido hidrolizado ou modificado a 25°C, e 5% a 20% de amido hidrolizado ou modificado a 40°C ou 55°C; e das suspensões contendo 5% e 10% de amido hidrolizado e amido modificado (50%/50%) a 25°C, e de 5% a 20% a 40°C e 55°C. O sensor SC-34 foi usado para efetuar as medidas nas demais suspensões contendo de 20% a 30% de amido hidrolizado ou amido modificado a 25°C e 25% e 30% para 40°C e 55°C; e para as suspensões contendo de 20% a 30% de amido hidrolizado e amido modificado (50%/50%) a 25°C, e 25% e 30% a 40°C e 55°C. A utilização dos sensores SC-18 e SC-34, do sistema de medição, foi necessária frente às condições de mistura e temperatura para manter as leituras dentro das faixas de segurança do viscosímetro. Os valores das curvas de viscosidade aparente e tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação aplicada são considerados seguros, e podem ser utilizados se estiverem na faixa de leitura do equipamento de 10% a

90% de torque. Como foram utilizados dois diferentes spindles, a faixa de taxa de deformação foi de 66 a 264 s⁻¹ para SC-18 e 14 a 56 s⁻¹ para spindle SC-34.

O viscosímetro foi conectado a um sistema computadorizado de aquisição de dados (“Wingather V.1.1 Brookfield Engineering Laboratories”) para registrar taxa de deformação, viscosidade aparente e tensão de cisalhamento às temperaturas de 25°C, 40°C e 55°C. A temperatura da amostra foi mantida constante pela circulação de água ao redor do reservatório que contém a amostra, usando um banho circulador com aquecimento e resfriamento.

4.2.2.3. Planejamento experimental

O planejamento experimental foi feito de acordo com BARROS NETO, SCARMINIO e BRUNS (1996), seguindo metodologia para modelagem de misturas. Segundo este método as propriedades de uma mistura são determinadas pelas proporções de seus ingredientes, e não pela quantidade total. Para o sistema em estudo foram considerados dois componentes denominados componente X_A (amido hidrolisado) e componente X_B (amido modificado). Neste caso o ajuste dos dados experimentais prevê um modelo quadrático, onde são considerados os termos correspondentes às respostas observadas para a mistura contendo cada componente puro tendo como peso as respectivas proporções, e um termo que é a interação entre os dois componentes, devendo esta medida ser obtida em uma mistura de composição qualquer, sendo sugerido a elaboração de uma mistura contendo partes iguais dos dois componentes, para cada percentual considerado no estudo. Desta forma foram obtidas as curvas de tensão de cisalhamento e viscosidade aparente em função da taxa de deformação para as temperaturas de 25°C, 40°C e 55°C para o extrato de chicória puro e para as suspensões formadas pela adição de cada componente X_A ou X_B, e X_A + X_B, considerando cada percentual correspondente a 5%, 10%, 15%, 20%, 25% e 30% de amido adicionado ao extrato de chicória.

4.2.2.4. Tratamento dos dados

4.2.2.4.1. Ajuste de dados

A escolha do modelo reológico é baseada nas características do fluido. A descrição do comportamento reológico é dada por modelos empíricos, mostrando as relações entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação, de acordo com as equações 1 e 2.

O critério utilizado para avaliar qual o melhor ajuste, foi a combinação dos coeficientes de determinação (R^2) e o módulo do erro médio relativo (ERM).

Os valores do erro relativo médio foram calculados de acordo com a Equação 23 mostrando as diferenças entre os valores teóricos obtidos pelo modelo e os valores experimentais de tensão de cisalhamento e viscosidade aparente em função da taxa de deformação. De acordo com LOMAURO BAKSHI, e LABUZA (1985) o ajuste é considerado extremamente bom para valores de ERM inferiores a 5%. Para valores de ERM até 10% os resultados são aceitáveis para trabalhos experimentais, indicando que os modelos obtidos poderão ser utilizados com segurança dentro da faixa experimental apresentada, de acordo com AGUERRE, SUAREZ e VIOLLAZ (1989)

$$ERM = \frac{100}{ne} \sum_{i=1}^{ne} \frac{|VE - VP|}{VE} \quad (\text{Eq. 21})$$

4.2.2.4.2. Metodologia “split-plot”

A análise simultânea das variáveis de processo e variáveis de mistura, foi feita através da técnica split-plot buscando encontrar um modelo probabilístico que pudesse prever valores de viscosidade aparente frente a diferentes condições de temperatura e percentagem de adição dos amidos. Esta análise foi realizada através de um software desenvolvido por BORTOLOTTI (2001), e constitui em um conjunto de ferramentas de análise estatística com gráficos de probabilidade acumulada, distribuição de resíduos e ANOVA específica para o “split-plot”. Foi adotada a viscosidade aparente como referência para a análise pois este é o parâmetro usual na indústria.

4.2.3. Isotermas de sorção do extrato de inulina de chicória em pó

As umidades de equilíbrio para o extrato de inulina de chicória puro e formulado foram determinadas por meio do método gravimétrico estático, utilizando soluções salinas saturadas em água destilada, para uma faixa de atividade de água de 0,1116 a 0,8434 de acordo com GREENSPAN (1977), conforme o Quadro 6. A amostra referente ao produto formulado foi obtida por secagem por atomização, em condições de processo de T_e/T_s igual a 190°C/95°C e 15% de material de parede (7,5% de amido hidrolisado e 7,5% de amido modificado) considerando a região otimizada pela metodologia de superfície de resposta. Os ensaios foram conduzidos nas temperaturas de 25°C, 35°C e 45°C em

estufa da marca OLIDEF CZ sendo essas temperaturas regularmente verificadas com o auxílio de termômetros padrão colocados no interior de cada estufa.

As amostras, feitas em triplicata, foram colocadas em cadinhos de poliestireno, e em seguida armazenadas em potes herméticos com as respectivas soluções de sais para cada valor de umidade relativa desejado. Os potes herméticos foram então colocados nas estufas, nas temperaturas de 25°C, 30°C e 40°C.

Estas amostras condicionadas foram pesadas em balança analítica SCIENSTECH em intervalos regulares de tempo, de 2 em 2 dias.

Quadro 6 – Valores de atividade de água para cada sal.

Sal	a_w		
	T= 25°C	T= 35°C	T= 45°C
LiCl	0,1130	0,1125	0,1116
KCH ₃ COO	0,2251	-----	-----
KF	-----	0,2459	0,2146
MgCl ₂	0,3278	0,3205	0,3110
K ₂ CO ₃	0,4316	*	*
NaBr	0,5757	0,5455	0,5195
KI	0,6866	0,6696	0,6526
NaCl	0,7529	0,7487	0,7452
KCl	0,8434	0,8295	0,8174

*Foram admitidos valores de a_w como sendo iguais ao da temperatura de 25°C. Não se dispõe de dados de a_w para estas temperaturas. Pela referência, os valores são constantes para temperaturas de 0°C a 30°C. Fonte: GRENSPAN (1977)

Depois de alcançado o equilíbrio, determinou-se a massa seca das amostras.

As umidades de equilíbrio (em base seca) foram calculadas de acordo com a Equação 22:

$$X_e = \frac{m_{eq} - m_s}{m_s} \quad (Eq. 22)$$

Os dados experimentais da amostra de extrato de chicória pura e da amostra formulada foram ajustados utilizando os modelos GAB, BET, BET linear, Halsey, Langmuir, Oswin e Peleg, utilizando o “STATISTICA 5.0.”

O critério utilizado, para avaliar qual o melhor ajuste, foi a combinação dos coeficientes de determinação (R^2) e o módulo do erro médio relativo através da Equação 21.

4.2.4. Morfologia das microcápsulas

4.2.4.1. Microscopia Eletrônica de Varredura

As amostras do extrato de chicória em pó foram fixadas em cilindros metálicos denominados *stubs* de 1 cm de altura, sendo previamente aplicada, pressionada e retirada uma fita adesiva na parte superior do *stub* para que permanecesse uma camada de cola para a manutenção do pó no *stub*. A seguir as amostras nos *stubs* foram recobertas com uma fina camada de ouro em aparelho metalizador (Sputter coat EMITECH K550). Foi aplicada uma corrente de 30mA por 4 minutos, tendo como gás de arraste o argônio.

As amostras metalizadas foram mantidas em um suporte fechado, dentro de um dessecador, até o momento da análise no microscópio eletrônico de varredura, através do equipamento LEO ZEISS LEICA Modelo 982, disponível na EMBRAPA/CNPMA.

As condições de operação foram: voltagem de aceleração na faixa de 4 a 11 kV, e vácuo na câmara de 0,1 mPa.

4.2.4.2. Determinação do tamanho das partículas

O tamanho das partículas foram obtidos pela medida direta do diâmetro das estruturas esféricas fornecidas pelo microscópio, com um paquímetro e utilizando a escala das figuras. Foram tomadas as medidas das esferas de menor e maior tamanho a fim de conhecer a faixa de diâmetros das esferas produzidas em relação às diferentes condições de processo de secagem por atomização.

4.2.5. Análises químicas e determinações físicas

4.2.5.1. Composição centesimal

Foram realizadas análises de composição centesimal das raízes, do extrato integral, do extrato integral concentrado de inulina de chicória, no Instituto de Tecnologia de Alimentos (ITAL), e dos produtos em pó obtidos no processo de secagem por atomização, no Centro Nacional de Pesquisa de Tecnologia Agroindustrial de Alimentos da Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA/CTAA).

4.2.5.1.1. Umidade

Determinação na estufa da marca FANEM modelo 320-SE, a uma temperatura de 105°C, durante 24 horas, de acordo método nº 925.45 para produtos de açúcar da ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS (A.O.A.C.) (1998).

4.2.5.1.2. Cinzas e Lipídios Totais

A determinação de cinzas e lipídios totais, por hidrólise, foi feita de acordo com AOAC. (1998).

4.2.5.1.3. Proteína

Determinada através do método 46-12 da AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS (AACC.) (1990).

4.2.5.1.4. Carboidratos

Foi calculado por diferença:

$$100 - (\% \text{ umidade} + \% \text{ cinzas} + \% \text{ proteína bruta} + \% \text{ lipídios totais}).$$

4.2.5.1.5. Calorias

De acordo com KALIL (1975), o valor calórico da amostra foi calculado pela relação:

$$[4 * (\% \text{ proteína bruta} + \text{carboidratos totais}) + 9 * (\text{Teor de lipídios})]$$

4.2.5.1.6. Sólidos totais

Foi obtido a partir do conteúdo de umidade, através da relação:

$$(100 - \text{teor de umidade})$$

4.2.5.1.7. Sólidos solúveis (°Brix)

Medidos através de leitura direta em refratômetro da marca CARL ZEISS (JENA), modelo 32-G 110d, com correção de leitura de acordo com a temperatura.

V. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. MATÉRIA-PRIMA

A Tabela 1 mostra a composição centesimal e o valor calórico das raízes de chicória, do extrato concentrado de inulina de chicória, e dos extratos de inulina de chicória em pó obtidos a partir dos ensaios referentes à matriz experimental, Quadro 5. A amostra 10 refere-se ao extrato puro de inulina de chicória em pó, e as demais amostras constituem os produtos formulado com os amidos hidrolisado (maltodextrina) e modificado, conforme as percentagens estabelecidas no Quadro 5.

Tabela 1 – Composição centesimal da raiz de chicória e seus produtos em base úmida

Amostra	Umidade	Cinzas	Lipídios	Proteína	Carboidratos	Calorias
	(g/100g)					(kcal/100g)
Raiz	73,60	1,00	0,20	1,30	23,90	1,03
Extrato	76,91	2,29	0,27	0,64	19,89	0,85
1	6,90	2,14	0,42	1,81	88,73	3,66
2	5,95	2,00	0,29	1,91	89,85	3,70
3	4,95	3,23	0,32	1,90	89,60	3,69
4	6,19	1,76	0,23	1,15	90,67	3,69
5	7,43	2,18	0,26	1,32	88,81	3,63
Pó*	8,74	2,16	0,20	1,43	87,47	3,57
7	9,01	2,18	0,15	1,38	87,28	3,56
8	8,01	2,16	0,14	1,44	88,25	3,60
9	8,43	2,10	0,28	1,41	87,78	3,59
10	3,67	2,01	0,17	2,52	91,63	3,78
11	8,33	1,75	0,21	1,13	88,58	3,61

* Os resultados correspondem às amostras obtidas nos ensaios de secagem por atomização de 1 a 11. A amostra 10 corresponde a inulina pura.

SILVA (1996) relata que o gel aquoso de inulina tem um potencial básico substituto de gordura, e muitos sistemas como inulina/surfactantes, emulsões óleo/água/inulina, e inulina/água/gomas têm sido desenvolvidos para diferentes aplicações. O autor relata ainda que o uso de inulina em processos

de produção de margarina pode reduzir para 20-40% de gordura em substituição ao padrão de 80% de gordura.

Segundo CÂNDIDO e CAMPOS (1995) as maltodextrinas e os amidos quimicamente modificados podem ser utilizados como substitutos de gordura contribuindo com menos de 1kcal/g cada um no valor energético, e ROBERFROID, GIBSON, e DELZENNE. (1993) relatam que a inulina fornece de 1 a 1,5kcal/g.

Os extratos de inulina de chicória formulados constituem um sistema de ingredientes alimentícios composto por inulina/maltodextrina/amido modificado, que poderá ser utilizado como substituto de gordura em alimentos. De acordo com a Companhia LORENZ, o amido modificado e a maltodextrina contribuem respectivamente com 0,35kcal/g e 0,38kcal/g no valor energético do produto. Portanto os produtos tratados neste trabalho ainda constituem uma alternativa de substituição de gordura em produtos alimentícios de valor calórico reduzido. A mistura destes ingredientes pode resultar em sistemas com melhores propriedades tecnológicas, como menor higroscopicidade e escoabilidade, aliada às propriedades funcionais da inulina.

A Tabela 2 apresenta o valor energético de alguns produtos gordurosos em que se utilizam polissacarídeos para substituir parte da gordura em seu processo de elaboração, e foram retirados das embalagens dos respectivos produtos. Pode ser observado que as margarinas cremosas apresentam valor calórico próximos ao da manteiga, sendo observado que as margarinas *light* tem valor energético reduzido em aproximadamente 50% em relação à manteiga e às margarinas cremosas.

Tabela 2 – Valor energético de manteiga e margarinas existentes no mercado.

Produto	Valor energético (kcal/100g)
Doriana cremosa	6,30
Doriana <i>light</i>	3,40
Qualy cremosa	7,21
Qualy <i>light</i>	3,42
Delícia <i>light</i>	3,21
Becel	3,60
Manteiga	7,40

Os valores calóricos dos extratos de inulina de chicória em pó mostrados na Tabela 1 mostram-se condizentes com os dos produtos *light* da Tabela 2, indicando a possibilidade de aplicação como substituto de gordura nesta categoria de alimentos.

5.2. REOLOGIA

5.2.1. *Comportamento reológico*

A Tabela 3 mostra os valores dos parâmetros do modelo Lei de Potência para o extrato de inulina de chicória puro e formulado com amido hidrolisado e amido modificado.

Como pode ser observado na Tabela 3 a magnitude do erro relativo para as três temperaturas encontra-se dentro dos valores aceitáveis para trabalhos experimentais, isto é, abaixo de 10%, indicando que os modelos obtidos poderão ser utilizados com segurança dentro da faixa experimental apresentada, AGUERRE, SUAREZ e VIOLLAZ (1989).

O produto obtido das raízes de chicória é um extrato que contém inulina que é composto por uma mistura de frutooligossacarídeos contendo de 10 a 60 cadeias de carbono, apresentando comportamento reológico semelhante aos sucos naturais de frutas. Assim, o estudo desenvolvido para verificar o comportamento reológico do extrato de inulina de chicória pode ser inserido no contexto dos estudos para sucos e polpas de frutas.

Verifica-se experimentalmente que muitos líquidos de origem biológica de moderadas ou altas concentrações tais como soluções ou suspensões de proteínas ou polissacarídeos não obedecem a Lei de Newton da viscosidade. Purês de frutas e vegetais, onde existem quantidades substanciais de material particulado insolúvel são altamente não-newtonianos devido a alta concentração de macromoléculas como pectina que afetam diretamente o seu comportamento reológico. RAO, OTOYA PALOMINO e BERNHARDT. (1974), apresentaram exemplos deste comportamento para purês de banana, goiaba, manga e papaia, como sendo fluídos não-newtonianos, pseudoplásticos que obedecem a equação reológica da Lei de Potência.

Tabela 3 - Valores do índice de consistência (K) e do índice do comportamento (n) para as suspensões de inulina de chicória pura ou com amido hidrolisado e ou /amido modificado

T (°C)	% Amido	Tipo de amido											
		Hidrolisado				Modificado				Hidrolisado + Modificado			
		K (Pa s ⁿ)	n	R ²	ERM (%)	K (Pa s ⁿ)	n	R ²	ERM (%)	K (Pa s ⁿ)	n	R ²	ERM (%)
25	0	0,48	0,65	1,00	1,93	0,48	0,65	1,00	1,93	0,48	0,65	1,00	1,93
	5	0,15	0,95	0,99	0,71	0,15	0,94	0,99	0,44	0,19	0,84	0,99	1,50
	10	0,19	0,93	0,99	0,83	0,17	0,95	0,99	0,42	0,16	0,97	0,99	1,41
	15	0,27	0,95	0,99	0,71	0,20	0,96	0,99	0,46	0,33	0,90	0,99	2,49
	20	0,55	0,82	0,99	2,13	0,40	0,88	0,99	1,29	0,63	0,90	0,99	1,44
	25	0,94	0,92	0,99	1,39	0,62	0,84	0,99	0,70	0,75	0,86	0,99	0,84
	30	1,11	0,92	0,99	0,43	0,78	0,92	0,99	1,02	1,02	0,91	0,99	0,99
40	0	1,06	0,42	0,97	4,11	1,06	0,42	0,97	4,11	1,06	0,42	0,97	4,11
	5	0,09	0,96	0,99	0,54	0,15	0,91	0,99	1,59	0,26	0,75	0,99	2,20
	10	0,11	0,94	0,99	0,96	0,15	0,96	0,99	0,33	0,23	0,84	0,99	1,15
	15	0,16	0,95	0,99	1,03	0,17	0,96	0,99	0,29	0,25	0,94	0,99	0,61
	20	0,22	0,96	0,99	0,33	0,22	0,97	0,99	0,38	0,30	0,93	0,99	0,67
	25	0,44	0,87	0,99	0,91	0,34	0,93	0,99	1,84	0,49	0,92	0,99	1,27
	30	1,09	0,81	0,99	0,96	0,73	0,83	0,99	1,14	0,84	0,86	0,99	1,45
55	0	0,55	0,46	0,95	6,49	0,55	0,46	0,95	6,49	0,55	0,46	0,95	6,49
	5	0,06	0,92	0,99	0,83	0,07	0,95	0,99	0,53	0,12	0,84	0,99	1,87
	10	0,09	0,91	0,99	0,76	0,10	0,95	0,99	0,52	0,13	0,88	0,99	1,84
	15	0,10	0,96	0,99	0,54	0,12	0,95	0,99	0,98	0,15	0,93	0,99	0,60
	20	0,13	0,94	0,99	0,63	0,21	0,96	0,99	0,24	0,31	0,89	0,99	0,61
	25	0,42	0,78	0,99	1,21	0,43	0,85	0,99	1,61	0,65	0,83	0,99	2,84
	30	0,54	0,84	0,99	1,14	0,59	0,85	0,99	1,56	0,81	0,89	0,99	1,21

Para todos os ensaios realizados, o extrato de chicória formulado apresentou comportamento de fluido não-newtoniano, com características pseudoplásticas, isto é, a viscosidade aparente diminui com o aumento da taxa de deformação. Os valores do índice de comportamento **n** foram menores, mas próximos da unidade, indicando uma tendência do comportamento ao fluido Newtoniano, que permitiu a extrapolação das curvas para toda a região de taxa de deformação compreendida entre os dois "spindles". Considerando que os valores do ERM foram abaixo de 10%, e do coeficiente de determinação acima de 0,95, conforme Tabela 3, foram estimados a partir do modelo ajustado da Lei de Potência, os valores teóricos para viscosidade aparente e tensão de cisalhamento, para cada condição

e comparados com os valores experimentais, calculando-se o erro relativo médio para todos os ensaios, considerando toda a faixa experimental compreendida entre os dois spindles.

No Apêndice 1, Tabela 1, estão os valores de tensão de cisalhamento teórica e experimental, do erro relativo e do erro relativo médio, para as temperaturas de 25°C, 40°C e 55°C para extrato puro concentrado de inulina de chicória. A Tabela 2 do Apêndice 1, estão os valores de viscosidade aparente em função da variação da taxa de deformação nas mesmas temperaturas. Foi observado que os valores do ERM estão abaixo de 10% para as três temperaturas, indicando a possibilidade de utilização do modelo de Lei da Potência para a estimativa dos valores desejados de tensão de cisalhamento para o extrato puro.

No Apêndice 2, Tabelas 3 a 11, estão os valores de tensão de cisalhamento experimentais e teóricos, e a magnitude dos erros relativos observados, nas temperaturas de 25°C, 40°C e 55°C, e de adição de amidos de 5%, 10%, 15%, 20%, 25% e 30%. Para os extratos formulados, a média dos erros relativos são mostrados na Tabela 4, para cada condição de temperatura e porcentagem de adição de amido.

Pode ser observado que os valores do ERM estão abaixo de 5% para as três temperaturas, independente do tipo e porcentagem de amido adicionado ao extrato de inulina de chicória, indicando a possibilidade de utilização do modelo de Lei da Potência para a estimativa dos valores desejados de viscosidade aparente ou tensão de cisalhamento para o produto em estudo.

Tabela 4 – Valores da média dos erros relativos para tensão de cisalhamento e viscosidade aparente para as suspensões de inulina de chicória pura ou com amido hidrolisado e ou /amido modificado

Tipo de amido	%	ERM ¹			ERM ²		
		Amido	25°C	40°C	55°C	25°C	40°C
Hidrolisado	5	0,71	0,54	0,93	0,49	0,50	0,70
	10	0,83	0,96	0,76	0,62	0,98	0,64
	15	0,71	1,03	0,54	0,41	1,05	3,29
	20	2,13	0,33	0,63	2,13	0,44	0,54
	25	1,39	0,91	1,21	1,40	0,94	1,19
	30	0,43	0,96	1,14	0,37	0,88	1,15
Modificado	5	0,44	1,59	0,53	0,40	0,62	0,47
	10	0,45	0,33	0,52	0,46	0,33	0,50
	15	0,44	0,29	0,98	0,66	0,29	2,49
	20	1,29	0,38	0,24	1,25	0,32	0,22
	25	0,70	1,80	1,61	0,71	0,81	1,58
	30	1,02	1,14	1,56	1,04	1,21	1,52
Hidrolisado e modificado	5	1,50	2,20	1,87	1,56	2,15	1,83
	10	1,41	1,15	1,84	1,45	1,15	1,84
	15	2,49	0,61	0,60	2,52	0,68	0,47
	20	1,44	0,67	0,61	1,43	0,70	0,46
	25	0,84	1,27	2,84	0,83	1,18	2,82
	30	0,99	1,45	1,21	1,00	1,38	1,17

1 – Valores calculados para tensão de cisalhamento

2 – Valores calculados para viscosidade aparente.

A Figura 11 mostra as curvas de tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação que foram obtidas a partir de experimentos realizados com taxas de deformação crescentes e decrescentes para o extrato puro de inulina de chicória para as temperaturas de 25°C, 40°C e 55°C.

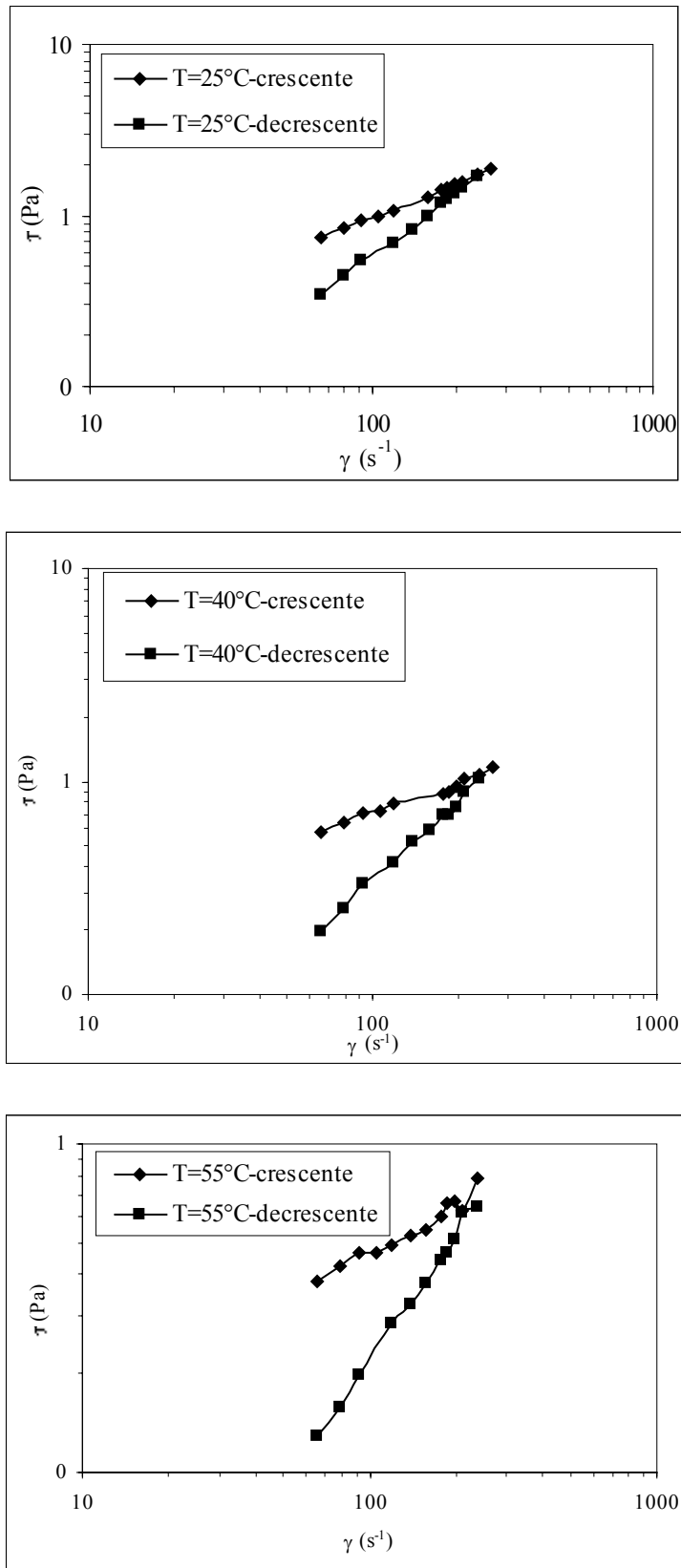


Figura 11 - Tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação para extrato puro de inulina de chicória a 22°Brix, nas temperaturas de 25°C, 40°C e 55°C.

Os fluídos tixotrópicos apresentam um comportamento reológico dependente do tempo. A tensão de cisalhamento decresce reversivelmente com o tempo, fixadas a temperatura e taxa de deformação, ou seja, o processo de rompimento das estruturas dos fluídos tixotrópicos, depende do tempo além de depender da taxa de deformação. Um dos procedimentos da análise da dependência do tempo é a chamada **curva de histerese**. Para obtenção dessa curva, a substância em estudo é submetida a um aumento na variação de tensão (ida) e, quando essa atinge um valor máximo, sofre decréscimo até atingir o valor zero (volta). Se a viscosidade da substância não é dependente do tempo, as curvas de tensão versus taxa de deformação obtidas (ida e volta) devem ser coincidentes. Entretanto, se a viscosidade aparente muda com o tempo, as curvas de ida e volta não seguem o mesmo caminho, formando-se uma **histerese**, SKELLAND (1967).

No caso do extrato de inulina de chicória concentrado a 22°Brix, o fenômeno de histerese observado sugere comportamento tixotrópico nas três diferentes temperaturas.

O extrato de chicória é formado de diferentes polissacarídeos que podem exibir um complexo comportamento reológico. Para confirmar uma possível dependência do tempo, foi fixada a taxa de deformação em 264 s^{-1} , para 25°C , e as tensões de cisalhamento foram registradas por um longo período de tempo. Os resultados estão mostrados na Figura 12.

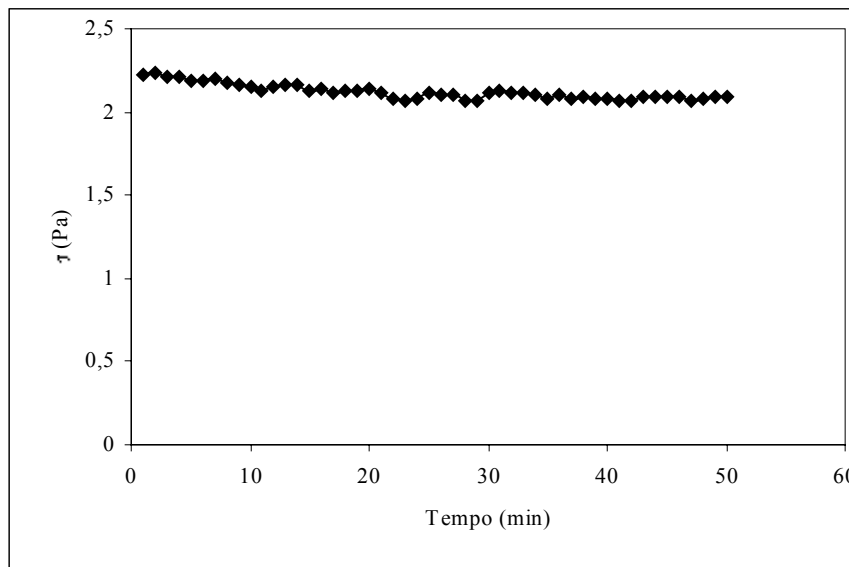


Figura 12 - Tensão de cisalhamento como função do tempo para extrato de chicória 22°Brix, a 25°C.

Pode-se observar a não dependência do tempo. Portanto, o extrato de chicória a 22°Brix exibiu um comportamento “pseudo-tixotrópico”, caracterizado pelo fenômeno de histerese notado nas três temperaturas e nas taxas de deformação testadas, NOGUEIRA, PARK e DEYRMENDJIAN (2000).

Nas Figuras 13, 14 e 15 são apresentadas as curvas de tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação para as suspensões formuladas com os amidos hidrolisado e modificado quando adicionados de forma isolada ou em mistura. Estas curvas foram ajustadas pelo modelo da Lei de Potência, e os valores dos parâmetros reológicos estão na Tabela 3. As curvas de tensão de cisalhamento (τ) e de viscosidade aparente (η_{ap}), em função da taxa de deformação ($\dot{\gamma}$) foram construídas contendo os valores teóricos compreendidos para toda faixa de taxa de deformação dos dois spindles e os valores experimentais correspondentes a cada taxa de deformação em que foram coletados. Os pontos marcados representam os dados experimentais e as linhas contínuas são os resultados do modelo de Lei de Potência ajustado aos dados experimentais.

As informações relacionadas a estes parâmetros reológicos descritos na Tabela 3 são de aplicação direta em projetos de equipamentos destinados ao processamento de derivados de frutas e outros vegetais como sucos e purês, cujas propriedades estão ligadas aos padrões de escoamento, determinando a concepção e dimensionamento de bombas, tubulações, etc, QUEIROZ et al. (1996). BRANCO (1995) relata que além da importância do ponto de vista de consumo de energia para bombear sucos com maior viscosidade, existem problemas devido a incorporação de ar, acarretando em problemas de operação da bomba e ações indesejáveis como oxidação e contaminação.

Pode ser observado nas curvas referentes às suspensões com a mistura dos dois diferentes amidos, Figura 15, que a tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação diminui com o aumento da temperatura. Esta afirmação é mantida, acrescentando-se que a 40°C e 55°C as curvas apresentam pouca diferença nos valores ou são sobrepostas, isto é, são observadas ligeiras alterações nas respostas obtidas. Para as suspensões contendo apenas o amido hidrolisado, Figura 13, não foi observada a sobreposição das curvas, que apenas seguem a mesma tendência de comportamento, isto é a tensão de cisalhamento em função da taxa de deformação diminui com o aumento da temperatura para 5%, 10%, 15% e 20%, 25% e 30% de amido adicionado. Para o amido modificado, Figura 14, foi observado que para as temperaturas de 25°C e 40°C ocorre a aproximação ou sobreposição das curvas de 5%, 10% e 15% de adição de amido, e para 20%, 25% e 30% este fenômeno acontece para as curvas de 40°C e 55°C.

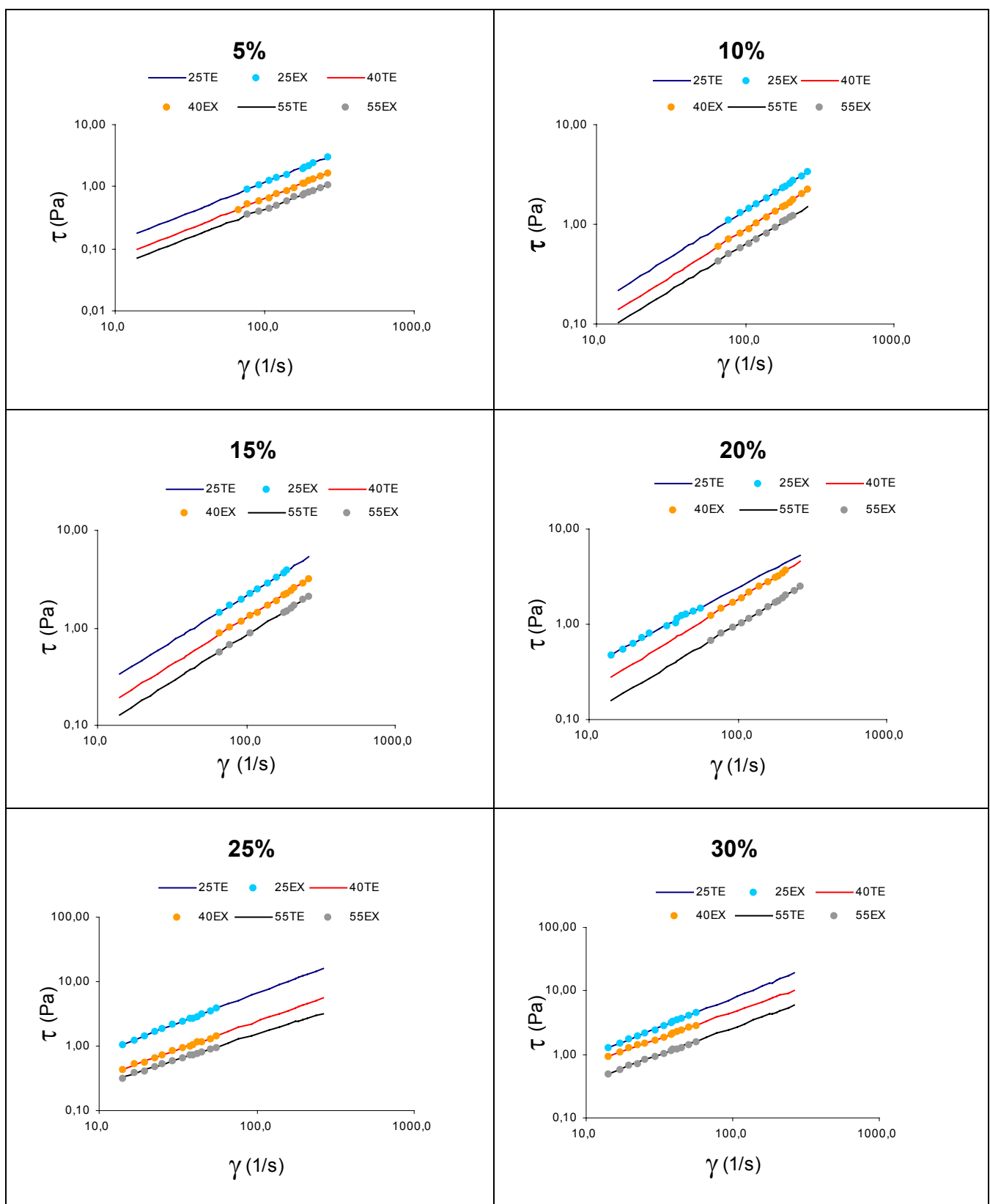


Figura 13 – Relação entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação em função da temperatura para o extrato de inulina de chicória formulado com amido hidrolisado.

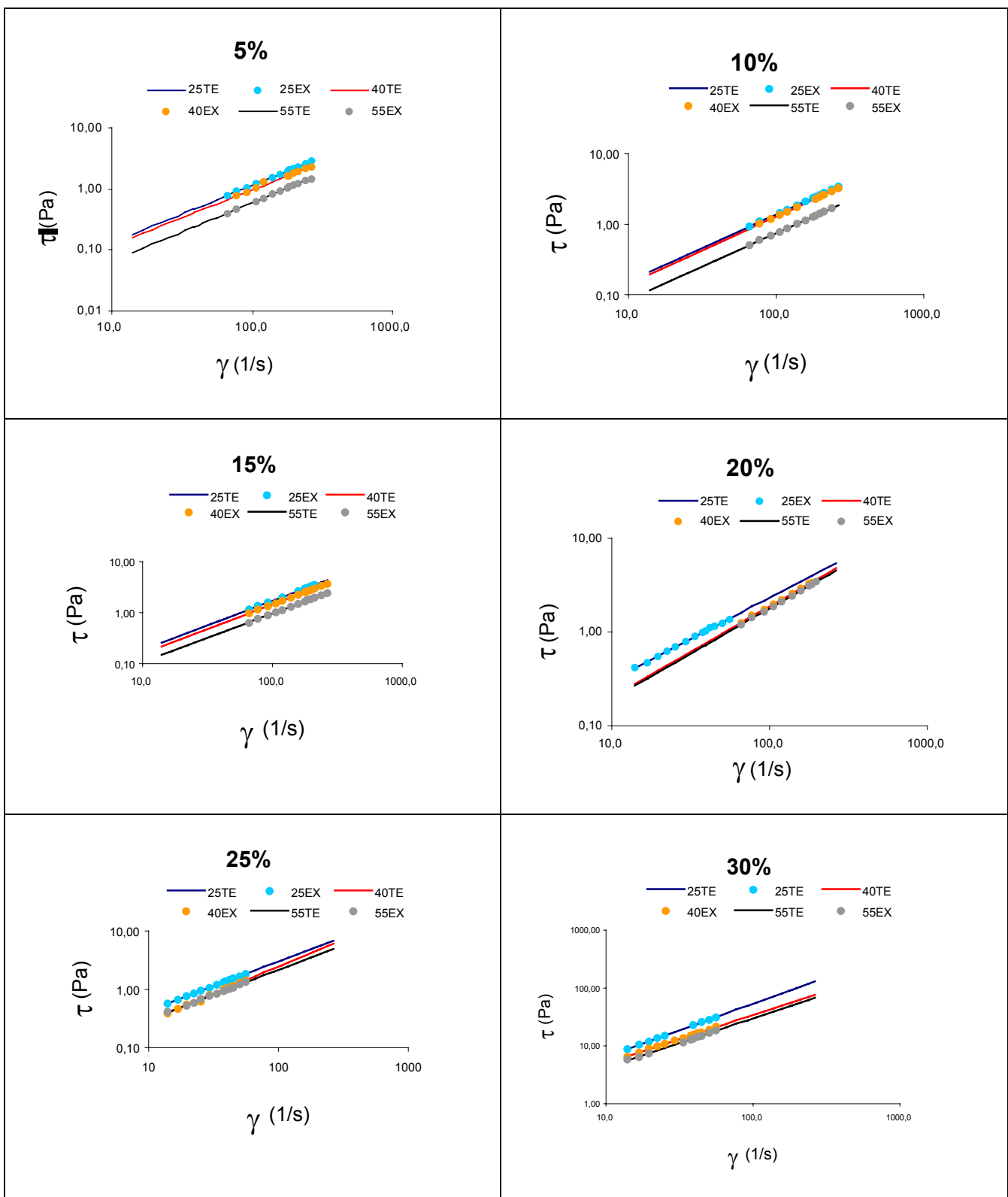


Figura 14 - Relação entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação em função da temperatura para o extrato de inulina de chicória formulado com amido modificado.

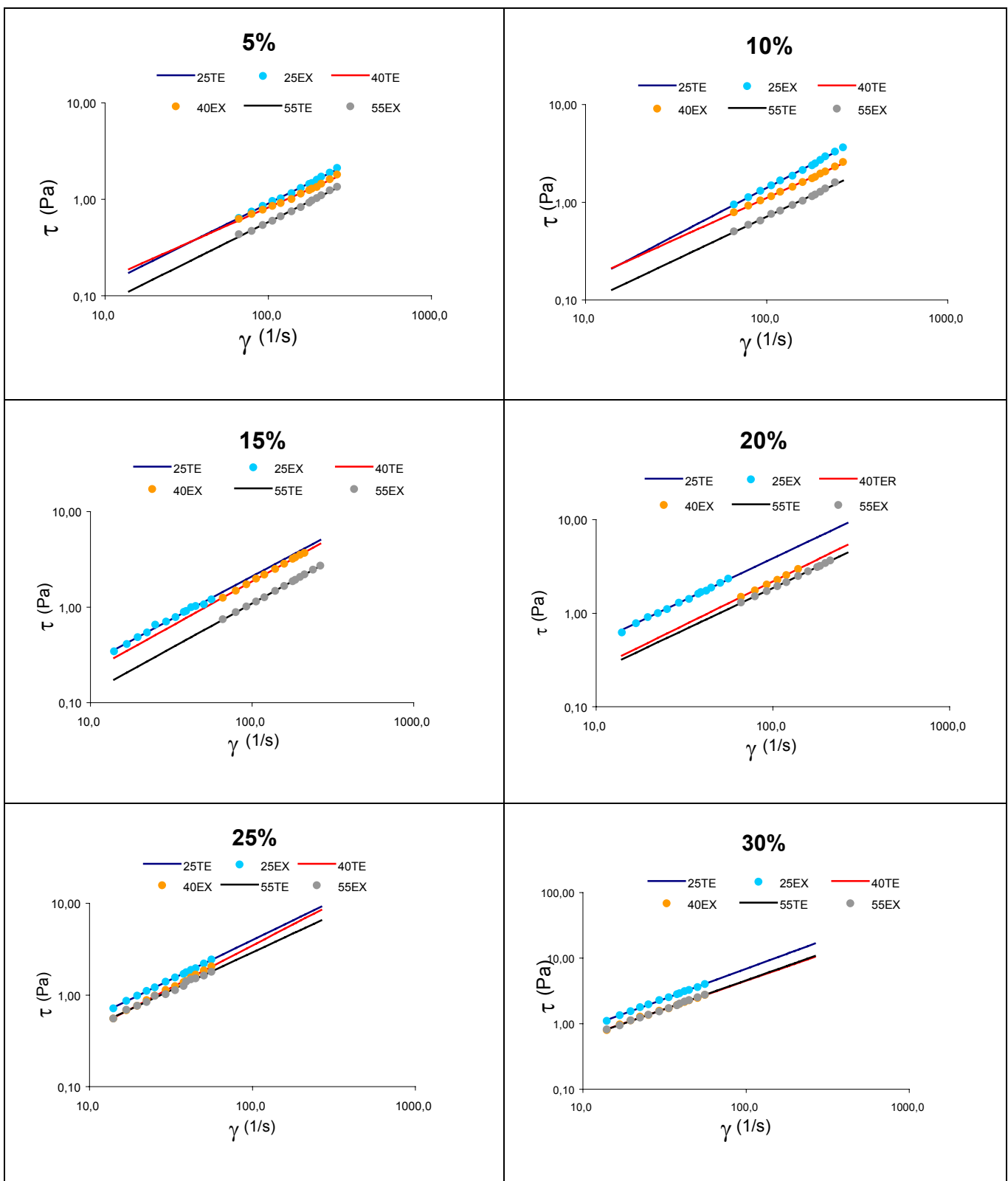


Figura 15 - Relação entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação em função da temperatura para o extrato de inulina de chicória formulado com amido hidrolisado e modificado

A suspensão de extrato de inulina de chicória formulado com a mistura dos amidos hidrolisado e modificado, mostrou um comportamento de fluido não newtoniano, com características pseudoplásticas, com valores de n na faixa de 0,83 a 0,97, conforme mostrado na Tabela 3.

No caso do extrato de chicória puro os valores de “ n ” situaram-se na faixa de 0,42 a 0,65, apresentando características fortemente pseudoplásticas, aumentando para a faixa de 0,75 a 0,97 quando formulado com os amidos. Este aumento foi provavelmente devido a interação entre os componentes de cadeia longa do extrato de chicória, como a inulina, com o amido, formando um sistema mais estável. O fenômeno de histerese apresentado anteriormente para o extrato puro não foi mais observado no produto formulado, independente da condição de ensaio na faixa estudada.

5.2.2. Viscosidade aparente

Os valores de viscosidade aparente teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, para as temperaturas de 25°C, 40°C e 55°C para extrato puro concentrado de inulina de chicória estão no Apêndice 1, Tabela 2.

Para o produto formulado, os valores experimentais e os valores teóricos de viscosidade aparente, e a magnitude dos erros relativos para as temperaturas de 25°C, 40°C e 55°C, e 5%, 10%, 15%, 20%, 25% e 30% de adição de amidos, são apresentados no Apêndice 3, Tabelas 12 a 20.

Nas Figuras 16, 17 e 18, estão as curvas de viscosidade aparente em função da taxa de deformação para as suspensões do extrato de inulina de chicória pura e formuladas com amido hidrolisado, amido modificado e com a mistura de amido hidrolisado e amido modificado para as temperaturas de 25°C, 40°C e 55°C.

A viscosidade aparente diminui com o aumento da taxa de deformação para as três temperaturas e porcentagens de adição de amidos estudadas. Esta diminuição é mais significativa para o extrato puro, mostrando o comportamento de fluido não-newtoniano com características pseudoplásticas, que pode ser confirmado pelo valor do índice de comportamento de fluxo n de 0,65, 0,42 e 0,46 para 25°C, 40°C e 55°C respectivamente, conforme Tabela 3.

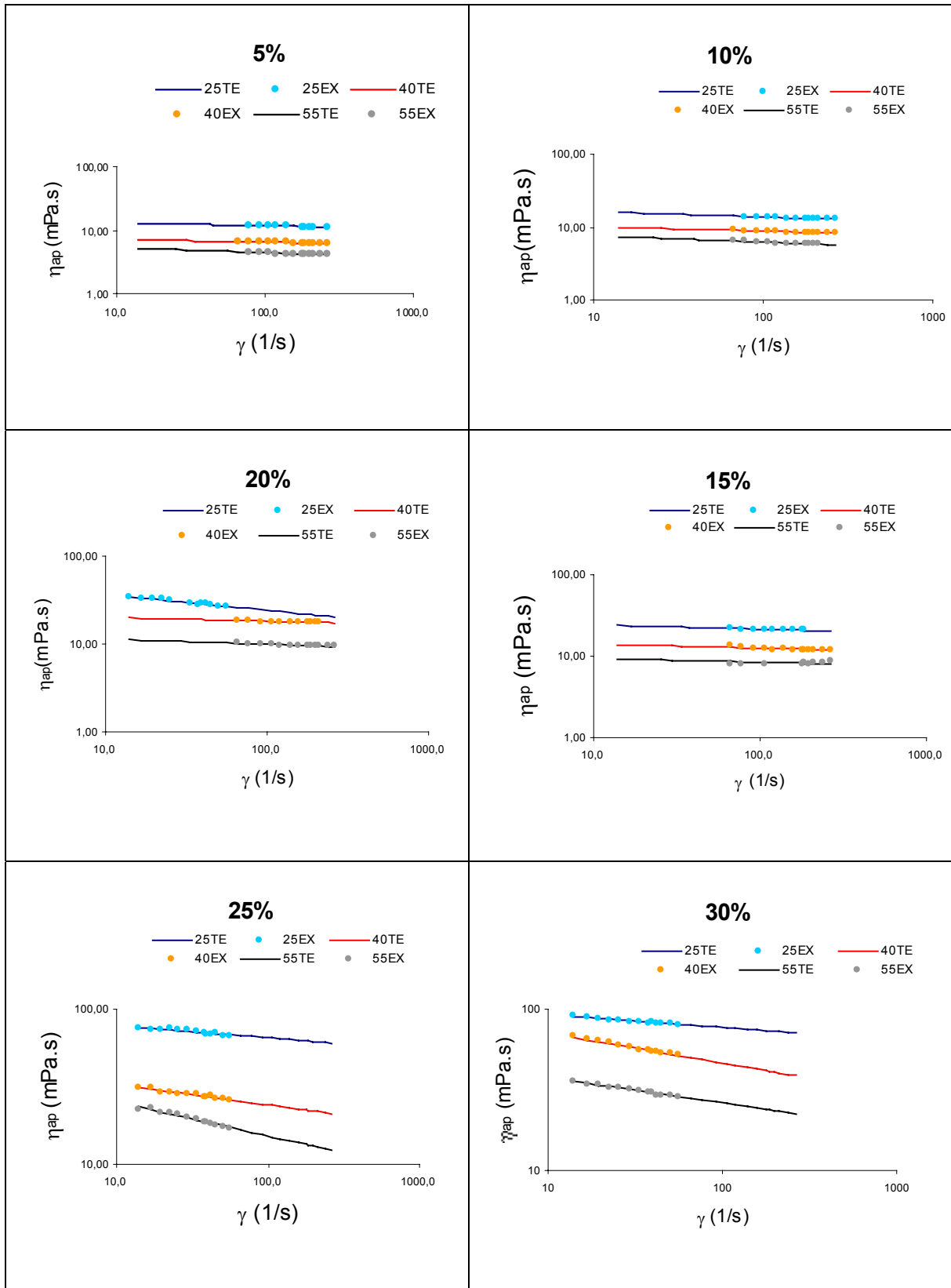


Figura 16 - Relação entre viscosidade aparente e taxa de deformação em função da temperatura para o extrato de inulina de chicória formulado com amido hidrolisado.

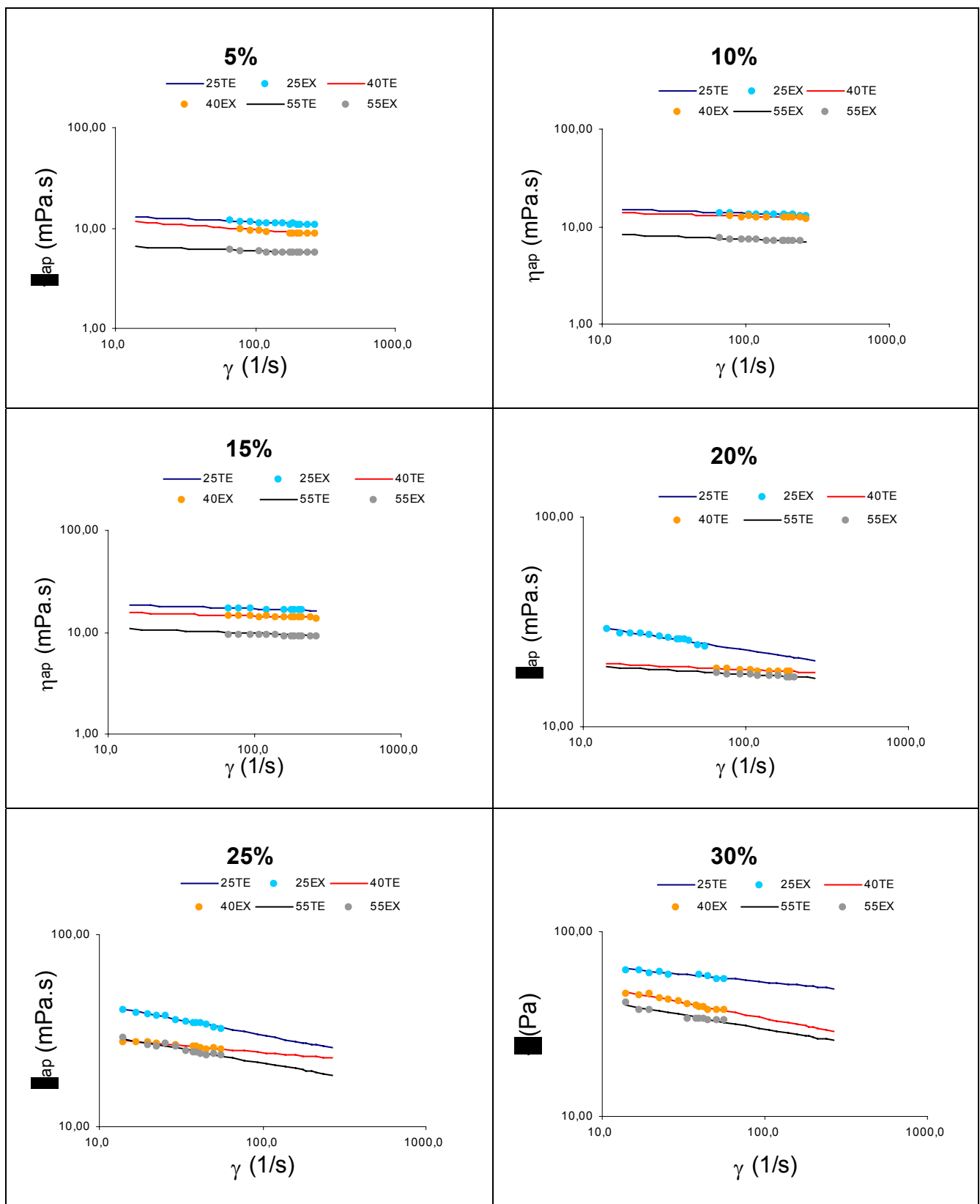


Figura 17 - Relação entre viscosidade aparente e taxa de deformação em função da temperatura para o extrato de inulina de chicória formulado com amido modificado

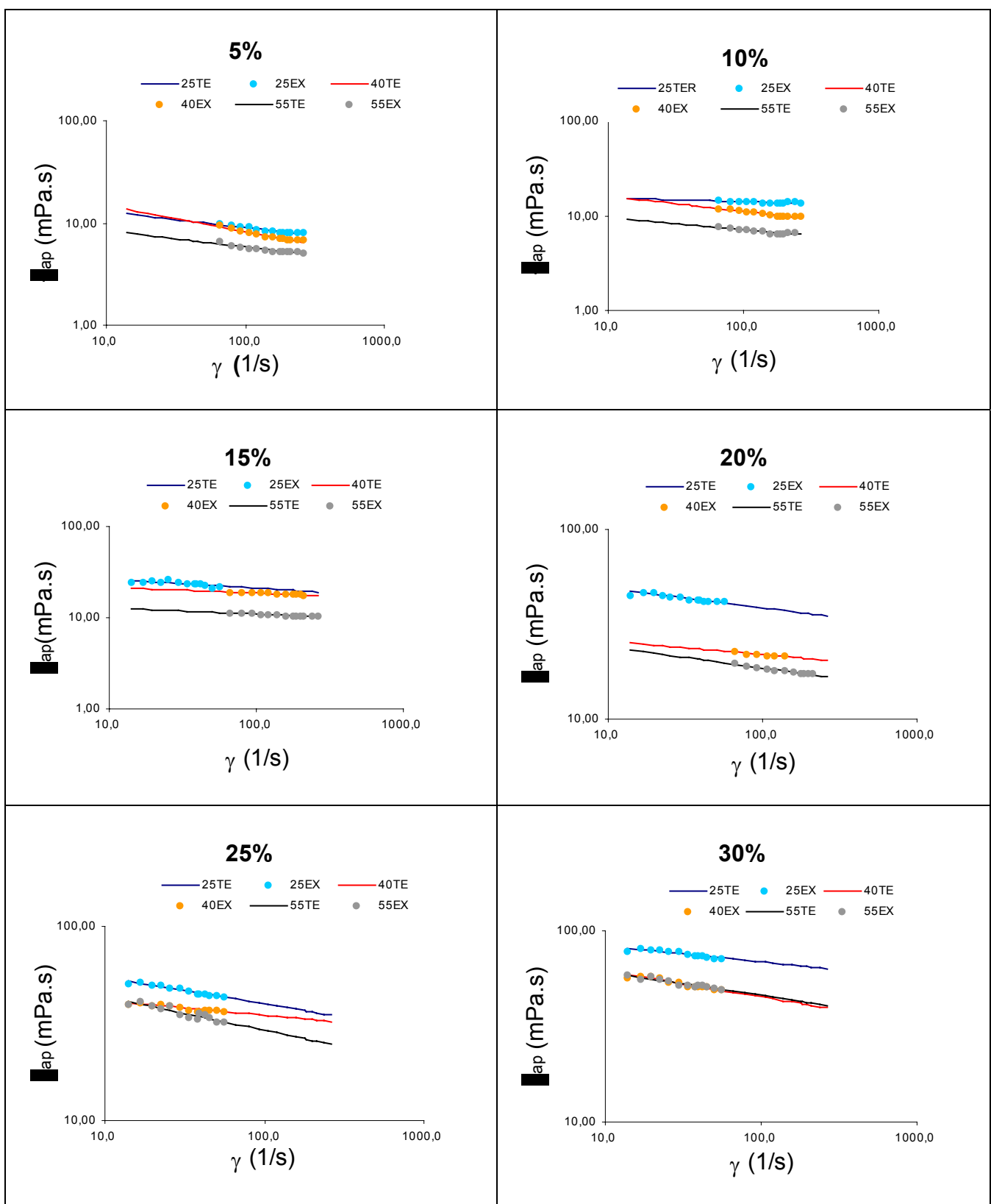


Figura 18 - Relação entre viscosidade aparente e taxa de deformação em função da temperatura para o extrato de inulina de chicória formulado com amido hidrolisado e modificado.

A diminuição da viscosidade aparente com o aumento da taxa de deformação, Figura 16, para 5%, 10%, 15%, 25% e 30% de amido hidrolisado para 25°C, com valores de n de 0,92 a 0,95 da Tabela 3, é menos significativa que o observado para a curva correspondente a 20% de amido hidrolisado, com n igual a 0,82 indicando características pseudoplásticas para as suspensões. Para temperaturas de 40°C e 55°C, os valores de n situaram-se na faixa de 0,91 a 0,96 para 5%, 10%, 15% e 20% de amido hidrolisado, e de 0,78 a 0,87 para 25% e 30% de amido hidrolisado.

No caso do amido modificado, Figura 17, a diminuição da viscosidade aparente com o aumento da taxa de deformação para 25°C, e porcentagens de adição de 5%, 10%, 15% e 30%, é menos significativa que as curvas observadas para 20% e 25%, com valores de n na faixa de 0,92 a 0,96 e de 0,84 a 0,88 respectivamente, como pode ser visto na Tabela 3. O primeiro grupo com valores de n próximos da unidade mostra a tendência de comportamento Newtoniano. Para temperatura de 40°C com 5%, 10%, 15%, 20% e 25% e de 55°C com 5%, 10%, 15% e 20% de amido modificado, os valores de n situaram-se na faixa de 0,91 a 0,96 e a diminuição da viscosidade aparente com o aumento da taxa de deformação foi menos significativa que a observada para as curvas de 30% e 40°C, e as curvas associadas a 25% e 30% para 55°C, com valores de n na faixa de 0,83 a 0,85.

A adição da mistura dos dois amidos minimizou a diferença devido a variação de temperatura, ocorrendo a proximidade ou até a sobreposição das curvas para 5%, 10% e 15% para as temperaturas de 25°C e 40°C, e para 20%, 25% e 30% nas temperaturas de 40°C e 55°C, Figura 18.

5.2.3. Análise simultânea das variáveis de mistura e variáveis de processo

A combinação da temperatura e a adição de amidos modificado e hidrolisado em sua forma isolada ou misturada, resultou em um sistema mais estável associado com a estrutura complexa da inulina, com um comportamento com tendência a Newtoniano mostrando pequena variação na viscosidade aparente, Figura 18.

De acordo com BARROS NETO, SCARMINIO e BRUNS (1996) as propriedades de uma mistura são determinadas pelas proporções de seus ingredientes e não pela quantidade total, isto é, proporção (x) de cada ingrediente igual à unidade, onde para uma mistura de dois componentes A e B tem-se $X_A + X_B = 1$.

Experimentalmente deve-se determinar o valor da propriedade de interesse adicionando-se ao extrato apenas o componente A na proporção desejada, e repetindo-se os mesmos ensaios para o componente B, se for utilizado o modelo mais simples para uma mistura de dois componentes que é o

modelo aditivo ou linear. Mas, este modelo não prevê a interação entre os dois componentes. O modelo quadrático apresenta o termo correspondente a esta interação, sendo que na prática deve-se levantar também os dados em uma composição qualquer dos componentes A e B. Pelo bom senso é sugerida a elaboração de uma mistura contendo partes iguais de cada componente.

No caso dos ensaios realizados com o extrato de chicória foram conduzidos prevendo a interação entre os ingredientes A e B para a estimativa do modelo probabilístico quadrático.

Para normalizar os modelos buscando as correlações com as variáveis de mistura e de processo, % de amidos e temperaturas, para obtenção de uma superfície de resposta que pudesse refletir uma região ótima para a faixa de ensaios realizados, existe a necessidade de conhecimentos específicos que busquem correlacionar planejamento e análise utilizando teorias pertinentes a modelagem de misturas e a modelagem de processos, onde a técnica de análise de dados “split-plot” deve ser aplicada, de acordo com REIS et al. (1998).

A análise simultânea das variáveis de processo e variáveis de mistura, foi feita através da técnica “split-plot” buscando encontrar um modelo probabilístico que pudesse prever valores de viscosidade aparente frente a diferentes condições de temperatura e percentagem de adição dos amidos. Esta análise foi realizada através de um software desenvolvido por BORTOLOTTI (2001), que constituiu em um conjunto de ferramentas de análise estatística com gráficos de probabilidade acumulada, distribuição de resíduos e específicos para o “split-plot”.

Foi adotada como referência para a análise a viscosidade aparente pois este é o parâmetro mais usual na indústria. Foram selecionados valores de viscosidade aparente correspondentes à taxa de deformação igual a 264 s^{-1} para cada condição experimental estudada (temperatura de processo e percentagem de mistura).

A Tabela 5 indica as porcentagens dos componentes A (amido hidrolisado) e B (amido modificado) na mistura (variáveis de mistura), a participação de A e B na composição total (% MP) e as temperaturas utilizadas no processo (variáveis de processo).

O planejamento utilizado não seguiu o método “split-plot” padrão pois os ensaios foram conduzidos de forma aleatória apenas para a % de mistura fixando-se cada temperatura, por limitação operacional, e por isso, a aplicação do programa não se deu de forma completa. Mas o programa permitiu obter alguns resultados que possibilitaram a geração de um modelo matemático capaz de descrever o sistema.

Tabela 5 - Valores de viscosidade aparente (η_{ap}) para as suspensões de inulina de chicória formulada com amido hidrolisado e ou /amido modificado utilizados para a análise simultânea das variáveis de mistura e processo.

Total	Amido (%)		η_{ap} (mPa)		
	A	B	25°C	40°C	55°C
5	5	0	11,10	6,18	4,04
5	0	5	10,82	8,78	5,65
5	2.5	2.5	7,75	6,45	4,98
10	10	0	12,82	8,37	5,71
10	0	10	12,98	12,25	7,02
10	5	5	13,53	9,47	6,29
15	15	0	20,33	11,96	8,06
15	0	15	16,34	13,87	9,31
15	7.5	7.5	19,11	17,5	10,32
20	20	0	20,32	17,39	9,34
20	0	20	20,69	18,13	17,13
20	10	10	34,86	20,4	16,74
25	25	0	60,61	21,23	12,26
25	0	25	25,7	22,76	18,63
25	12.5	12.5	34,87	32,34	24,61
30	30	0	71,19	38,71	22,48
30	0	30	49,25	29,93	25,7
30	15	15	63,24	39,50	40,71

A: amido hidrolisado

B: amido modificado

Partiu-se para o ajuste de dados aos modelos:

- linear para processo e linear para mistura;
- (b) linear para processo e quadrático para mistura;
- (c) bi-linear para processo e linear para mistura; e
- (d) bi-linear para processo e quadrático para mistura.

Os modelos foram criados por regressão e avaliados por gráficos de probabilidade acumulada e de dispersão. Ao todo quatro modelos foram criados, avaliados e comparados.

Considerando o modelo linear para processo e linear para mistura, a regressão forneceu os seguintes parâmetros:

$$\hat{y} = 21,747 X_A + 9,560 X_B - 0,703 X_A Z_1 + 1,577 X_1 Z_2 - 0,247 X_B Z_1 + 1,111 X_B Z_2 \quad (\text{Eq. 23})$$

O gráfico de dispersão dos resíduos, que é a diferença entre o valor teórico e o valor experimental de viscosidade aparente, contra a viscosidade aparente teórica mostra um comportamento sistemático muito definido. Percebe-se, claramente, que os resíduos exibem um comportamento parabólico, conforme Figura 19. Isto constitui um claro sinal que o modelo não ajustou bem os dados, e de acordo com BARROS NETO, SCARMINIO e BRUNS (1996), e BOX, HUNTER e HUNTER, esta razão leva a desconsiderar o modelo linear-linear para esta análise.

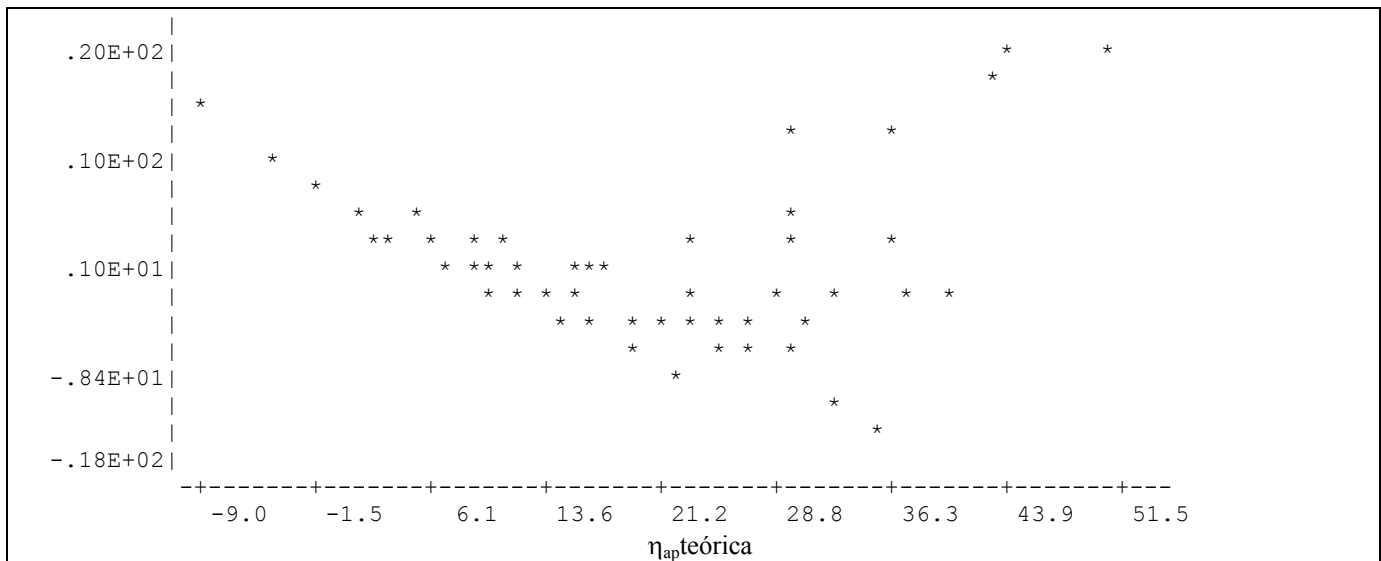


Figura 19 - Distribuição de resíduos (eixo y) contra os valores teóricos de viscosidade aparente para o modelo linear-linear.

O segundo modelo utilizado foi o linear para processo e quadrático para mistura. A regressão forneceu os seguintes parâmetros:

$$\hat{y} = 24,5477 X_A + 12,3800 X_B - 33,6098 X_A X_B - (0,7471 X_A + 0,2908 X_B - 0,5267 X_A X_B) Z_1 + (1,4545 X_1 + 0,9888 X_B + 1,4679 X_A X_B) Z_2 \quad (\text{Eq. 24})$$

Foi construído o gráfico de probabilidade acumulada com os parâmetros do modelo, Figura 20.

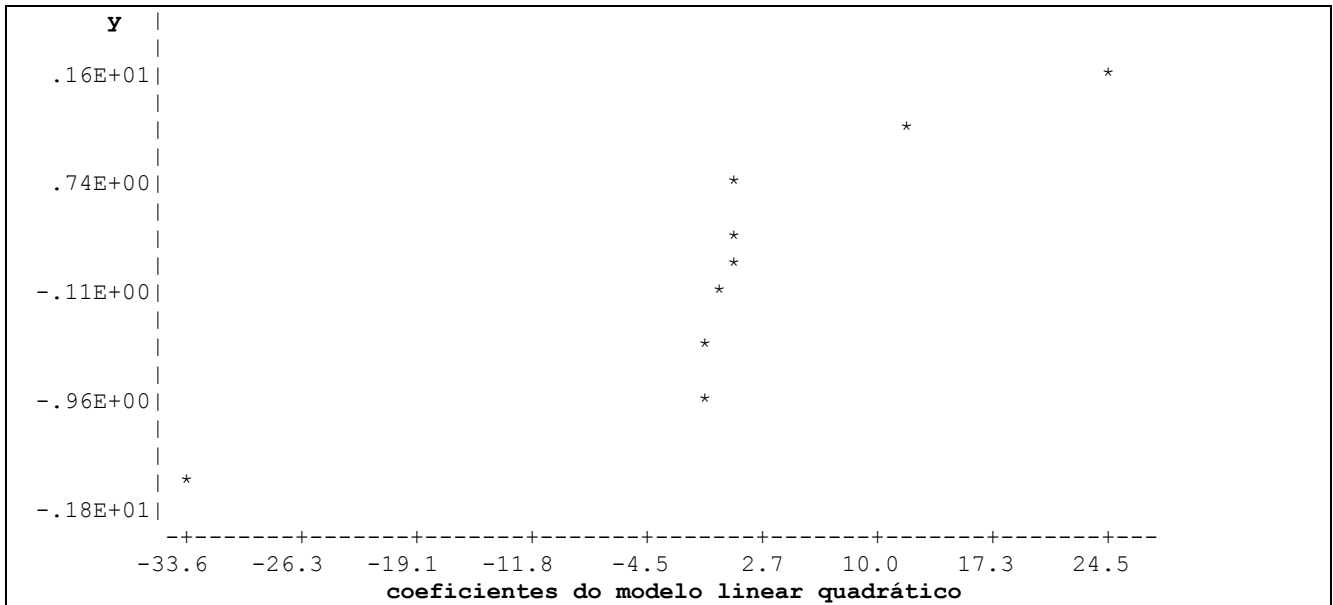


Figura 20 - Probabilidade acumulada (eixo y) versus valores dos coeficientes do modelo linear-quadrático (eixo x).

Observando o gráfico de probabilidade acumulada na Figura 20, percebe-se que seis parâmetros dos nove gerados aparentemente não são estatisticamente significativos, pois estão centrados em zero numa reta. Os outros três provavelmente são significativos. No gráfico dos resíduos na Figura 21, percebe-se que a dispersão de erros ainda não é aleatória, o que indica que existe falta de ajuste. Provavelmente os três parâmetros significativos não foram suficientes para uma modelagem adequada.

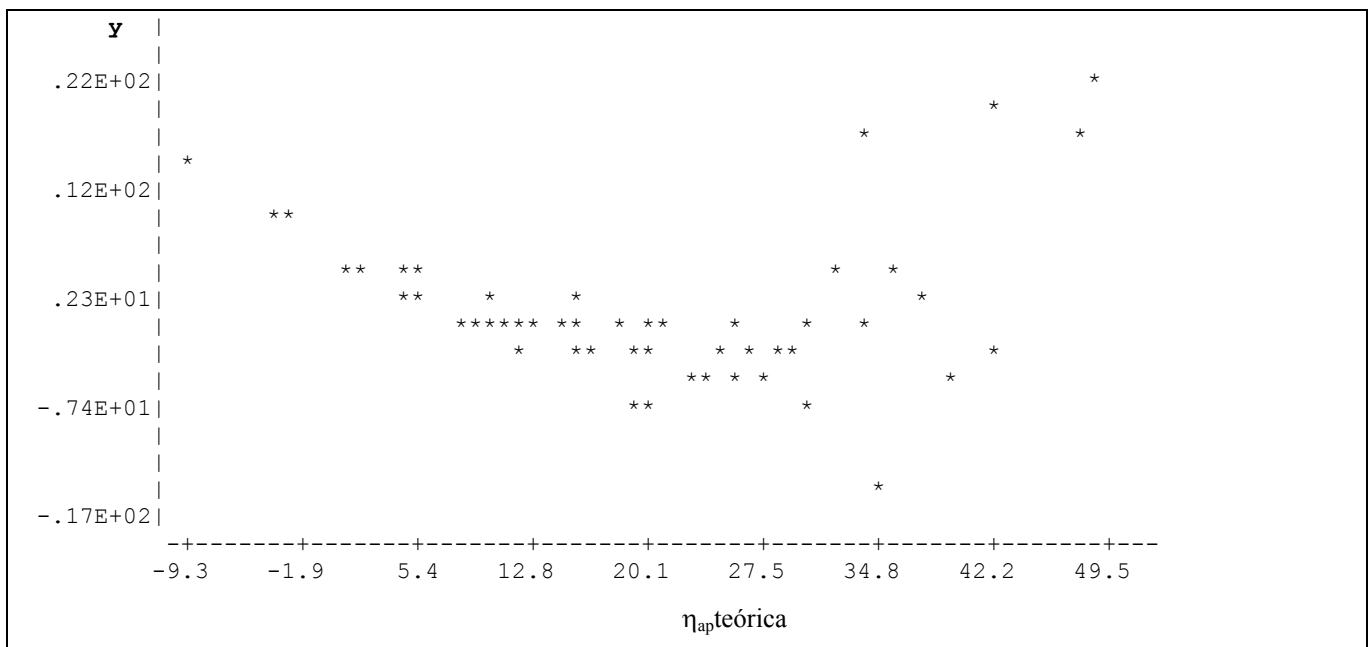


Figura 21 - Distribuição de resíduos (eixo y) contra os valores teóricos de viscosidade aparente para o modelo linear-quadrático.

Pelo fato de haver dois componentes de mistura, o modelo cúbico especial não foi testado, pois neste caso ele será igual ao quadrático.

O terceiro modelo testado foi o bi-linear para as variáveis de processo e linear para as variáveis de mistura. A regressão forneceu os seguintes parâmetros:

$$\hat{y} = -18,5236 X_A + 1,5236 X_B + (0,2946 X_A - 0,0455 X_B)Z_1 + (3,8575 X_A - 1,5714 X_B) Z_2 - (0,0570 X_A + 0,0115 X_B)Z_1Z_2 \quad (\text{Eq. 25})$$

Com os parâmetros se construiu o gráfico de probabilidade acumulada, Figura 22.

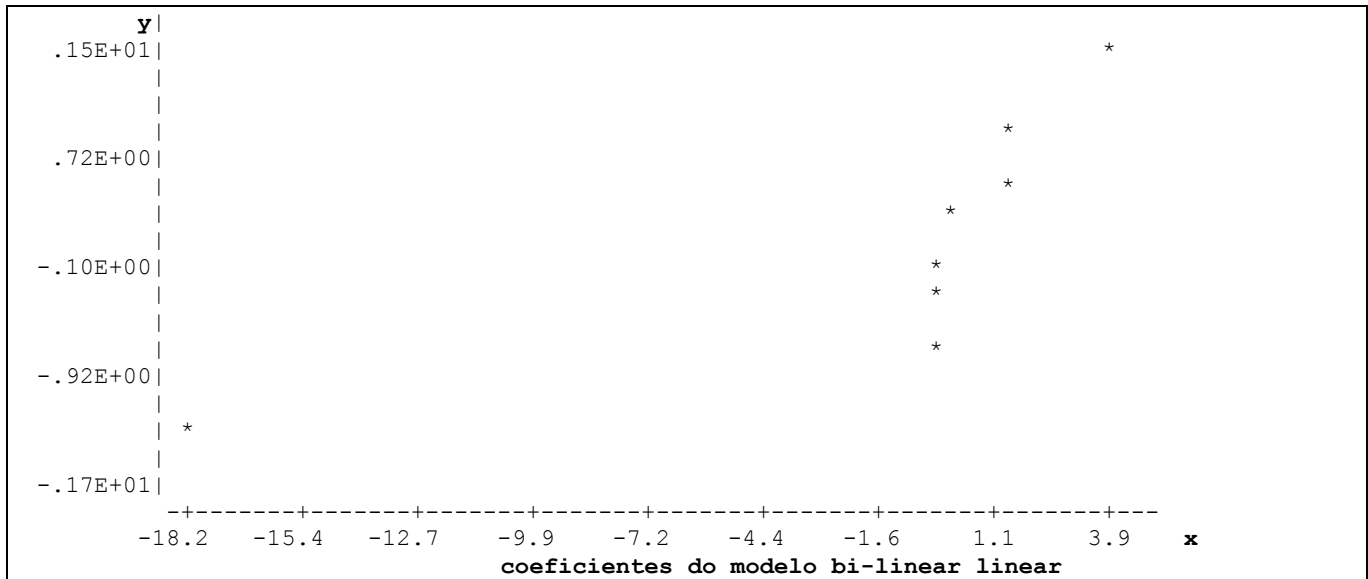


Figura 22 - Probabilidade acumulada (eixo y) versus valores dos coeficientes do modelo bi-linear linear (eixo x).

Observando o gráfico de probabilidade acumulada na Figura 22, percebe-se que dois parâmetros são significativos, pois estão bem separados dos outros centrados em zero. Nota-se também que dois outros parâmetros próximos a 1,55 podem ser considerados significativos, mas nenhuma afirmação definitiva pode ser feita a respeito deles. Na Figura 23, nota-se que houve uma melhora significativa na dispersão dos resíduos em relação à aleatoriedade.

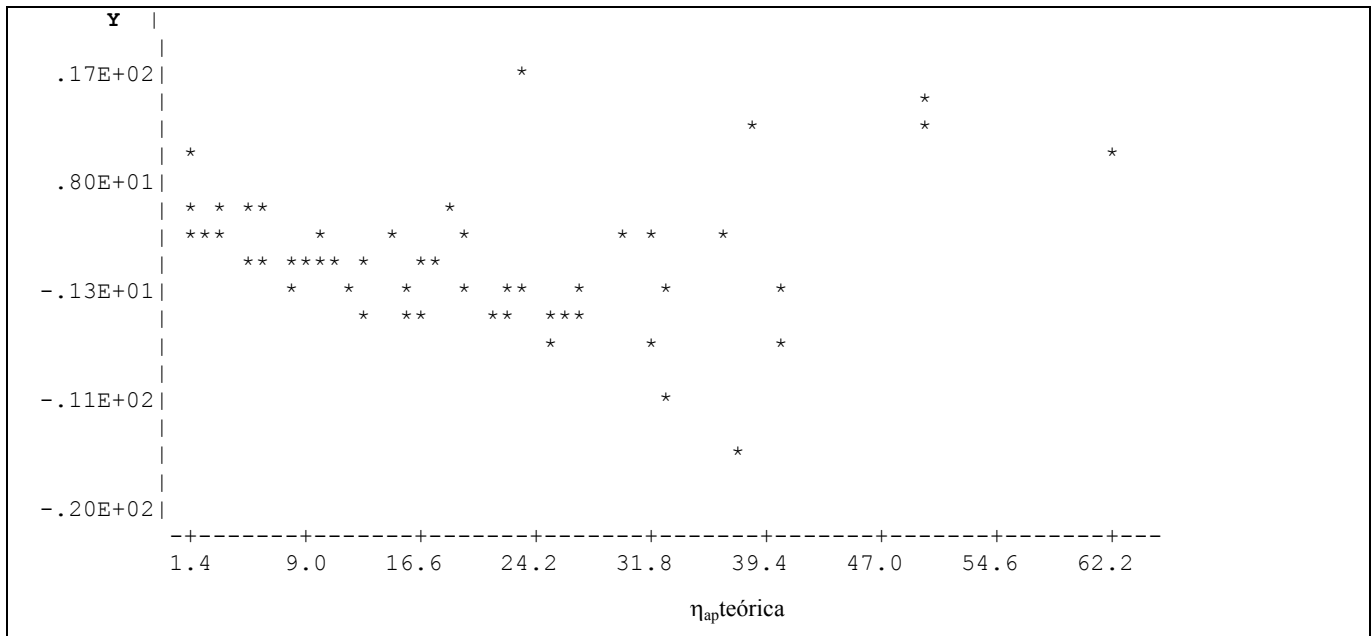


Figura 23 - Distribuição de resíduos (eixo y) contra os valores teóricos de viscosidade aparente para o modelo bi-linear linear.

Por fim o modelo adotado foi o bi-linear para as variáveis de processo e quadrático para as variáveis de mistura. A regressão forneceu os seguintes parâmetros:

$$\hat{y} = -19,5441 X_A + 0,1455 X_B + 16,5430 X_A X_B + (0,3551 X_A + 0,01509 X_B - 0,7271 X_A X_B)Z_1 + (3,9740 X_A + 1,6879 X_B - 1,3980 X_A X_B)Z_2 - (0,0629 X_A + 0,0174 X_B - 0,7165 X_A X_B)Z_1 Z_2 \quad (\text{Eq. 26})$$

O gráfico de probabilidade acumulada na Figura 24 mostra claramente que dos doze parâmetros pelo menos três são significativos, os restantes fazem parte da distribuição normal dos erros aleatórios. Nota-se, observando a Figura 25, que a dispersão dos erros teve melhora quanto à aleatoriedade. Apesar disto ainda existe evidência de falta de ajuste além de heteroscedasticidade nos dados. A variância dos resíduos para valores altos de viscosidade é bem maior do que para valores de viscosidade menores. O modelo contendo apenas os parâmetros significativos será:

$$\hat{y} = -19,5441 X_A + 16,5430 X_A X_B + 3,9740 X_A Z_2 \quad (\text{Eq. 27})$$

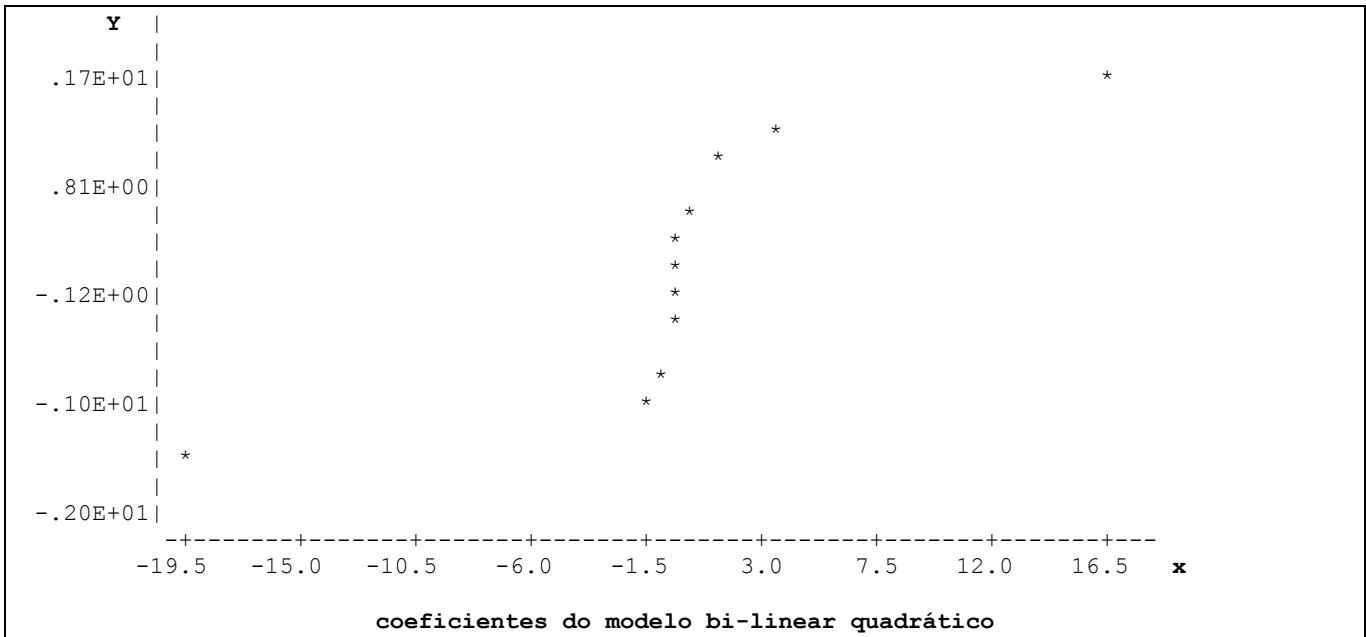


Figura 24 - Probabilidade acumulada (eixo y) versus valores dos coeficientes do modelo bi-linear-quadrático

Pela modelagem obtida percebe-se que os fatores que mais influenciam a resposta (viscosidade aparente) são fração do componente A (X_A), a interação do componente A com o componente B ($X_A X_B$) e a interação do componente A com a porcentagem total de A e B na mistura ($X_A Z_2$).

O aumento do componente A na mistura parece levar à diminuição da viscosidade do material. Contudo a interação A-B é sinérgica e leva ao aumento de viscosidade assim como a interação entre o componente A e a porcentagem total da mistura. Em menor grau, como é indicado pelo menor coeficiente, o efeito da interação da proporção de amido hidrolisado com a porcentagem total de amido na mistura reforça o efeito sinérgico entre as duas proporções de amido. A temperatura teve um efeito pouco pronunciado nos valores de viscosidade aparente das suspensões, frente ao coeficiente da equação 26, sendo considerado estatisticamente não-significativo.

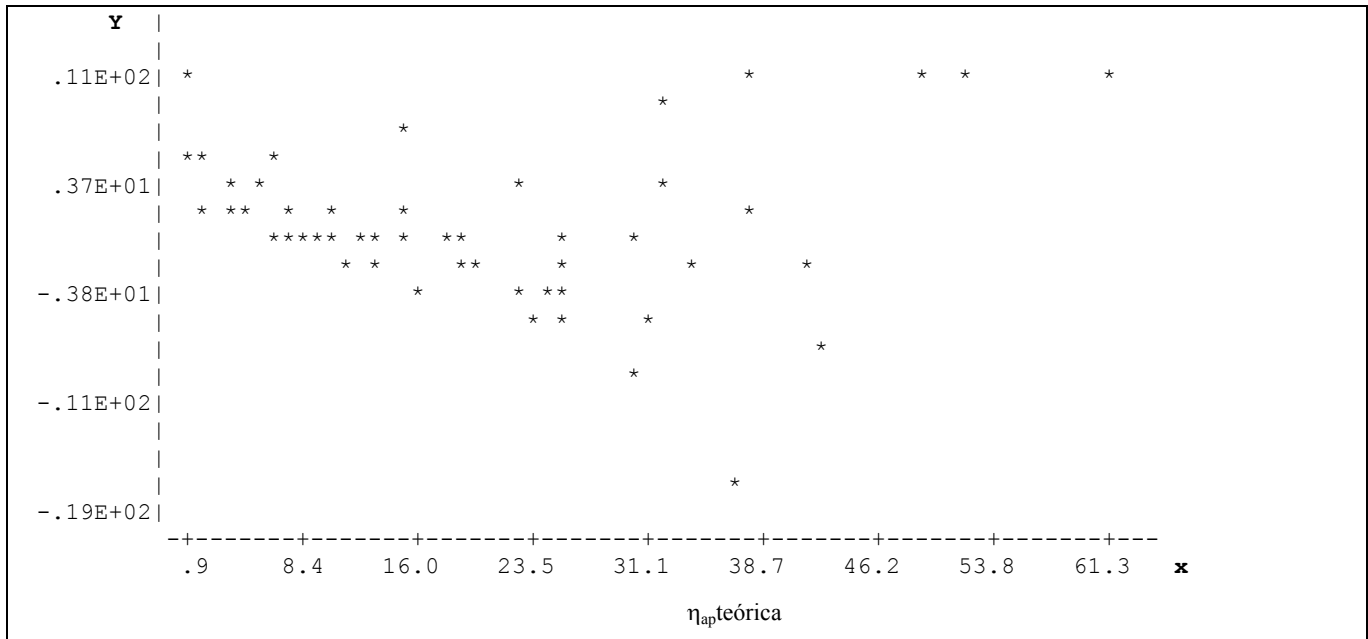


Figura 25 - Distribuição de resíduos (eixo y) contra os valores teóricos de viscosidade aparente para o modelo bi-linear-quadrático

Vale notar que o gráfico de distribuição dos resíduos na Figura 25, comparado aos gráficos dos modelos anteriores (Figuras 19, 21 e 23) é o que apresenta melhor distribuição de resíduos, todavia não deve ser considerada ideal. Esta abordagem empírica tem como objetivo complementar estudos com modelos fenomenológicos.

É interessante observar a relação da análise do ponto de vista estatístico, onde o modelo indicou que a temperatura não afetou a viscosidade aparente com as observações experimentais aqui reportadas.

Este fato pode ser explicado pelos valores de viscosidade aparente apresentados pela variação da temperatura, isto é, a variação na viscosidade aparente devido a diferença de temperatura na faixa utilizada no presente trabalho, é insignificante em relação à variação na viscosidade aparente causada pela adição dos componentes formuladores, conforme pode ser observado pelos valores experimentais das Figuras 16, 17 e 18.

5.3. SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO

A Tabela 6 mostra os valores das temperaturas de entrada e saída do ar no “spray dryer”, com os respectivos percentuais de material de parede adicionados à suspensão, e os resultados de análise do teor de inulina determinados na alimentação e no produto.

Tabela 6 – Condições de processo e resultados experimentais.

Ensaio	T _{entrada} (°C)	T _{saída} (°C)	%Material Parede - MP	Sólidos Solúveis (°Brix)	Teor de Inulina na alimentação - I _F (%)	Teor de inulina no produto - I _P (%)
1	130	81	4,36	24,0	0,21	0,73
2	200	109	4,36	24,0	0,18	0,77
3	130	81	25,64	31,5	0,25	0,73
4	200	119	25,64	31,5	0,24	0,76
5	165	99	15	29,0	0,22	0,76
6	165	99	15	29,0	0,21	0,71
7	165	99	15	29,0	0,22	0,74
8	116	71	15	29,0	0,22	0,75
9	214	112	15	29,0	0,22	0,72
10	165	97	0	22,0	0,21	0,77
11	165	82	30	34,5	0,14	0,74

Na Tabela 7 tem-se os valores da massa da suspensão na entrada do “spray dryer”, os sólidos totais e a massa de inulina na alimentação e no produto em pó, e o rendimento em inulina

Tabela 7 – Valores experimentais utilizados nos cálculos de rendimento em inulina R_{inu}.

Ensaio	Massa total na entrada - F (g)	Sólidos totais na entrada - ST _F (g)	Massa de produto - P (g)	Sólidos totais do produto - ST _P (g)	Massa de inulina na entrada - I _F (g)	Massa de inulina no produto - I _P (g)	Rendimento de inulina - R _{inu} (%)
1	834,88	223,78	144,22	138,75	173,57	104,69	60,31
2	834,88	223,78	120,60	104,77	148,11	93,08	62,85
3	502,56	192,76	149,47	142,64	125,74	108,47	86,27
4	502,56	192,76	153,93	150,85	121,87	116,83	95,87
5	460,00	152,32	110,22	107,39	101,38	83,90	82,75
6	460,00	152,32	94,77	109,91	102,03	83,98	82,32
7	460,00	152,32	113,60	106,27	103,04	83,50	81,03
8	460,00	152,32	110,81	99,97	101,52	76,20	75,06
9	460,00	152,32	105,61	113,79	96,92	90,85	93,73
10	400,00	285,96	118,74	87,18	169,08	67,65	40,01
11	1200,00	418,65	91,64	235,86	253,34	179,14	70,71

$$F = M_{ec} + M_{ah} + M_{am}$$

$$ST_F = (M_{ec} * ST_{ec}) + (M_{ah} * ST_{ah}) + (M_{am} * ST_{am})$$

$$ST_P = P * ST_P$$

$$I_F = F * \% I_F$$

$$I_P = P * \% I_P$$

$$R_{inu} = I_P/I_F$$

Pela Tabela 7, os resultados mostram claramente que a técnica de microencapsulação estabeleceu melhores condições do processo do ponto de vista do rendimento de inulina.

De acordo com RULKENS e THIJSEN (1972) e SHAHIDI e HAN (1993), a quantidade de material de parede foi determinante na retenção de Vitamina C em microcápsulas, mas segundo REINECCIUS (1988), o excesso de material de parede pode diminuir a solubilidade do encapsulante, e portanto ocorre uma diminuição na capacidade de formar película sobre o material de recheio, com menor retenção de materiais termosensíveis ou voláteis.

A partir da matriz experimental, Quadro 5 e da resposta de R_{inu} , Tabela 7, foram construídas as superfícies de resposta, através do STATÍSTICA, que permitiu a análise simultânea da influência da temperatura e % de material de parede, nos resultados de rendimento de inulina, R_{inu} . Desta análise é gerado o modelo probabilístico que permite dentro das condições estabelecidas estimar a rendimento em inulina em qualquer condição experimental, além de permitir avaliar os fatores que têm influência estatisticamente significativa no processo, bem como as interações entre as variáveis.

Em uma primeira etapa, a análise foi feita considerando todos os termos da equação 20.

A Figura 26 mostra a nova distribuição de peso dos efeitos cada fator no rendimento de inulina, e na Tabela 8 a análise de variância (ANOVA).

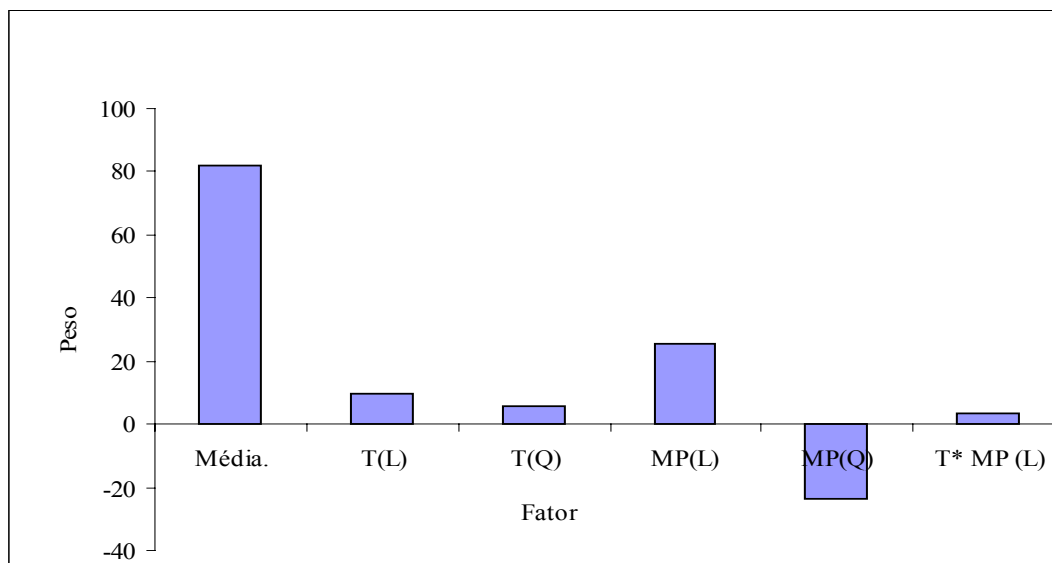


Figura 26 – Influência de cada efeito na resposta

Considerando a variável resposta R_{inu} , apenas os termos quadráticos da temperatura e linear correspondente à interação entre temperatura e % de material de parede foram considerados estatisticamente não-significativos, para 95% de confiança.

Tabela 8– ANOVA para o modelo completo codificado

Fator	SQR	GL	SQM	F
Regressão	2524,76	5	504,95	17,86
Resíduo	141,42	5	28,28	
Falta de ajuste	139,82	3		
Erro puro	1,60	2		
Total	2666,18	10		

$F_{0,95; 5; 5} = 3,54$ F_{tabelado} $R^2 = 0,95$

Como o modelo apresentou termos estatisticamente não-significativos, foi efetuada nova análise desconsiderando estes termos.

A Figura 27 mostra a nova distribuição de peso dos efeitos cada fator no rendimento de inulina, e na Tabela 9 a análise de variância (ANOVA).

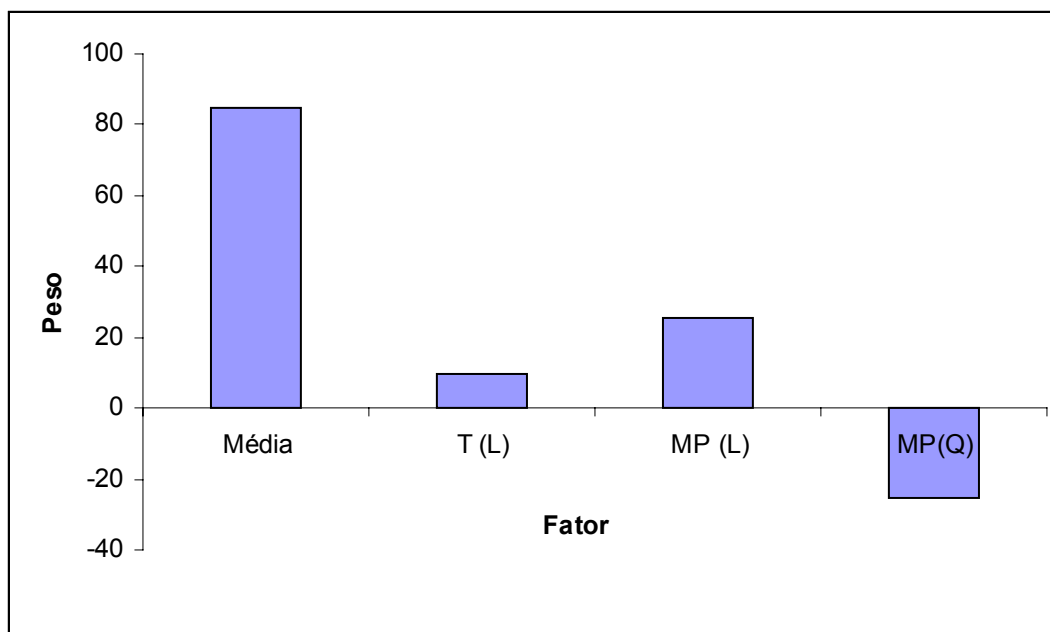


Figura 27 – Influência de cada efeito na resposta

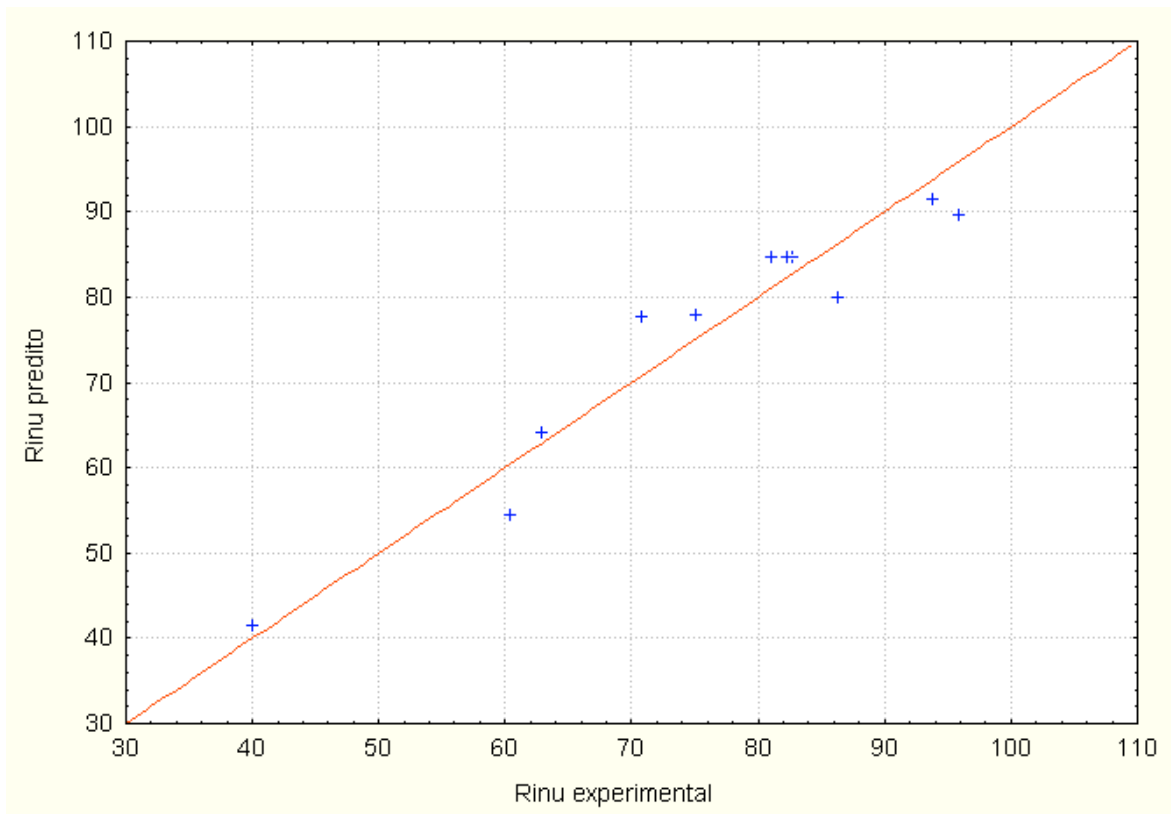
Tabela 9 – ANOVA para o modelo reduzido codificado

Fator	SQR	GL	SQM	F
Regressão	2467,10	3	628,07	28,92
Resíduo	199,08	7	25,65	
Falta de ajuste	197,48	5		
Erro puro	1,60	2		
Total	2666,18	10		

$F_{0,95; 3; 7} = 6,65$ F_{tabelado} $R^2 = 0,93$

Comparando os resultados da Tabela 8 e da Tabela 9, nota-se que ocorreu uma melhora na relação entre $F_{\text{calculado}}$ e F_{tabelado} , de 3,54 para 6,65. O coeficiente de determinação que era de 0,95 na Tabela 8 sofreu uma leve diminuição para 0,93. Isto permite afirmar que o modelo reduzido é estatisticamente significativo e preditivo para a secagem por atomização em escala de laboratório.

A Figura 28 mostra o gráfico de valores previstos pelo modelo em função dos valores experimentais, sendo observada pouca dispersão com relação à reta.

**Figura 28 – Relação entre os valores observados e os previstos pelo modelo.**

O modelo reduzido codificado, para prever o rendimento em inulina no pó, é:

$$R_{inu} = 84,67 + 9,64T + 25,64(\%MP) - 25,18(\%MP)^2 \quad (\text{Eq. 28})$$

Pode-se observar que o termo linear da temperatura tem efeito positivo no rendimento de inulina em pó. O termo linear correspondente à % de material de parede tem efeito positivo, e maior que o correspondente à temperatura, mas é contrabalançado pelo efeito negativo do termo quadrático de % de material de parede.

DIB TAXI (2001), obteve resultados semelhantes, onde o efeito devido a temperatura elevou o rendimento em Vitamina C de maneira menos acentuada que o devido a porcentagem de material de parede.

A Figura 29 mostra a superfície de resposta e a curva de contorno mostrando o efeito combinado da temperatura e % de material de parede no rendimento de inulina no pó.

Pela curva de contorno apresentada na Figura 29 têm-se as faixas de processo otimizadas na região:

$11,17 \leq MP (\%) \leq 28,94$
$174 \leq T (^\circ\text{C}) \leq 214$

A partir desta faixa é possível então testar a obtenção de inulina em pó numa planta piloto (escala maior) e verificar as condições operacionais ótimas de processo industrial.

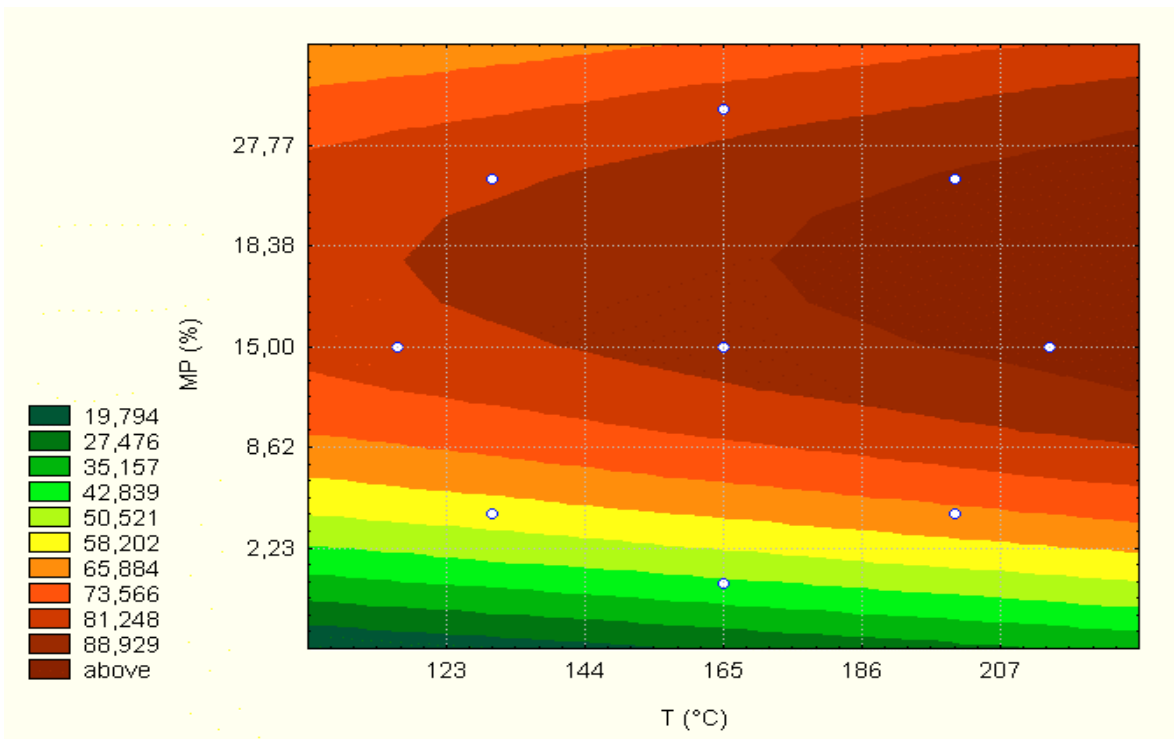
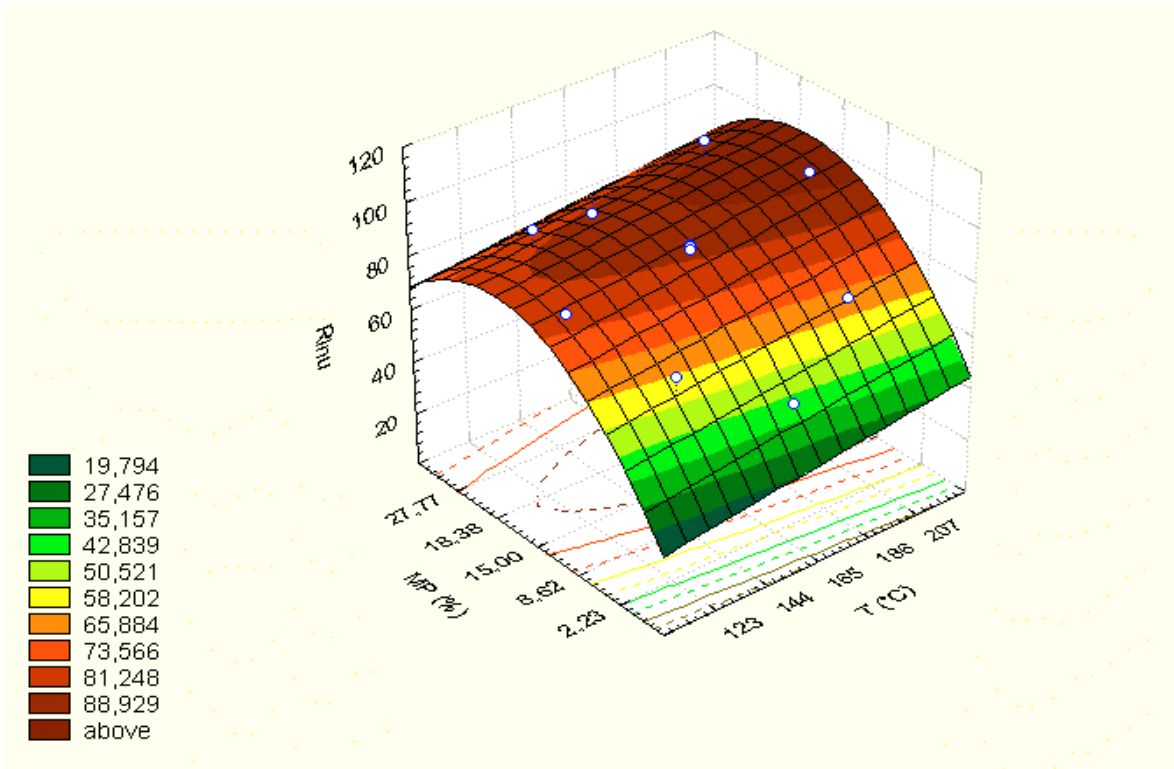


Figura 29 – Superfície de resposta e curva de contorno para o rendimento em inulina de chicória em pó para as variáveis porcentagem de material de parede e temperatura de secagem por atomização.

5.4. ISOTERMAS DE SORÇÃO DE UMIDADE DO EXTRATO DE INULINA DE CHICÓRIA EM PÓ

Os resultados experimentais da umidade de equilíbrio para os extratos puro e formulado com amido hidrolisado e amido modificado de inulina de chicória estão mostrados na Tabela 10. Os valores de umidade de equilíbrio estão na faixa de 0,0197 a 0,8444 g/g matéria seca.

Tabela 10– Valores experimentais de umidade de equilíbrio para inulina em pó pura e formulada.

25°C			35°C			45°C		
a_w	X_e puro	X_e for.	a_w	X_e puro	X_e for.	a_w	X_e puro	X_e for.
0,1130	0,0528	0,0434	0,1125	0,0434	0,0441	0,1116	0,0197	0,0432
0,2251	0,0753	0,0626	0,2459	0,0587	0,0677	0,2146	0,0317	0,0574
0,3278	0,0826	0,0699	0,3205	0,0629	0,0697	0,311	0,036	0,0653
0,4316	0,1005	0,0910	0,4316	0,0849	*	0,4316	0,0742	0,0899
0,5757	0,1435	0,1261	0,5455	0,1276	0,0902	0,5195	0,1107	0,0977
0,6886	0,2003	0,1581	0,6696	0,1738	0,1551	0,6526	0,1665	0,1186
0,7529	0,3545	0,1830	0,7487	0,2785	0,1800	0,7452	0,2438	0,1358
0,8434	0,8444	0,2508	0,8295	0,5584	0,1854	0,8174	0,3702	0,1616

* - valor de X_e não determinado

for - formulado

Pode ser observado na Tabela 10 que o conteúdo de umidade de equilíbrio (X_e) para o extrato puro de inulina de chicória em pó decresceu com o aumento da temperatura e aumentou com a elevação da atividade de água. Essa tendência pode ser explicada pela termodinâmica da sorção que mostra que um aumento na temperatura não vai favorecer a sorção de água, SAMANIEGO-ESGUERRA, BOAG e ROBERTSON (1990).

Para o extrato formulado a tendência de comportamento dos valores observados de conteúdo de umidade de equilíbrio foi diversificada, Tabela 10. Foi observado que para a_w entre 0,1116 a 0,4316 pouca variação no conteúdo de umidade de equilíbrio para as temperaturas de 25°C, 35°C e 45°C. Para a_w na faixa de 0,5195 a 0,5757 houve uma diminuição de X_e quando a temperatura passou de 25°C para 35°C, enquanto que de 35°C para 45°C os valores sofreram ligeira elevação. Para a_w variando de 0,6526 a 0,7529, os valores de X_e se mantiveram praticamente constantes quando a temperatura passou de 25°C para 35°C e diminuíram quando a temperatura passou de 35°C para 45°C. Para elevados valores

de a_w na faixa de 0,8174 a 0,8434 os valores de X_e diminuíram com o aumento da temperatura de 25°C a 45°C.

Comparando os dois produtos, observa-se pela Tabela 10 que os valores de X_e do extrato formulado são menores que os observados para o extrato puro, para valores de a_w de 0,1130 a 0,8434 na temperatura de 25°C. Para 35°C observa-se pouca variação entre os valores de X_e para o extrato puro o extrato formulado para a_w na faixa de 0,1125 a 0,3205, enquanto que é observada a diminuição dos valores de X_e do extrato formulado em relação ao extrato puro para a_w de 0,5455 a 0,8295. Para 45°C é observado um aumento de X_e do produto formulado em relação ao puro para a_w de 0,1116 a 0,4316. Observa-se a inversão do fenômeno, isto é, os valores de X_e do extrato puro são maiores que os do extrato formulado para a_w de 0,5195 a 0,8174.

Os dados experimentais das isotermas de sorção para extrato puro e formulado de inulina chicória em pó foram ajustados pelos modelos BET, BET linear, GAB, Halsey, Langmuir, Oswin e Peleg. A escolha do melhor ajuste foi feita observando o coeficiente de determinação (R^2) e o erro médio relativo (ERM), cujos valores e as constantes dos modelos são apresentados na Tabela 11, para as temperaturas de 25°C, 35°C e 45°C.

As isotermas de sorção de umidade para extrato de chicória em pó ajustadas aos modelos de BET, BET linear, GAB, Halsey, Langmuir, Oswin e Peleg contendo os valores experimentais e preditos pelos modelos são mostradas no Apêndice 4, Figura 1.

As formas observadas das isotermas de sorção de extrato de chicória em pó são características de alimentos com alto conteúdo de açúcares, que adsorvem relativamente baixas quantidades de água a baixas atividades de água e grandes quantidades de água a altas umidades relativas, segundo SAMANIEGO-ESGUERRA, BOAG e ROBERTSON (1990). Foi observado também, a ocorrência de interseção de curvas com a variação da temperatura, e de acordo SARAVACOS, TSIOURVAS e TSAMI (1986) e MAROULIS, TSAMI e MARINOS-KOURIS (1988), isto constitui outra característica das isotermas de produtos com alto teor de açúcar.

As isotermas apresentaram formato tipo III. Na construção de isotermas de sorção para carboximetil celulose sódica e sólidos de suco de laranja desidratado, BERLIN, ANDERSON e PALLANSCH (1973) observaram comportamento semelhante. O mesmo formato de isotermas foi observado por IGLESIAS e CHIRIFE (1978) para banana, pera, abacaxi e toranja. JAAFFAR e MICHALOWSKI (1990) obtiveram isotermas de sorção de água do tipo III para café, arroz e açúcar.

DIB TAXI (2001) estudou as isotermas de adsorção de umidade para suco de camu-camu microencapsulado, observando também a ocorrência de isotermas tipo III para o produto.

5.4.1. Extrato puro de inulina de chicória

Analisando Tabela 11 pode-se concluir que o modelo de GAB foi o que apresentou o melhor ajuste das isotermas, com os valores de *ERM* iguais a 4,87%, 4,10% e 7,14% para as temperaturas de 25°C, 35°C e 45°C respectivamente, considerando a faixa de atividade água de 0,0197 a 0,8444. Segundo AGUERRE, SUÁREZ e VIOLLAZ (1989) ajustes com *ERM* inferiores a 10% indicam um razoável ajuste dos dados aos modelos, e ainda de acordo com LABUZA (1985), o ajuste é considerado extremamente bom para valores de *ERM* inferiores a 5%. De acordo com esse critério conclui-se ainda que os modelos de BET e BET linearizado apresentam um bom ajuste para a temperatura de 45°C, com valor de *ERM* igual a 7,46%. Com os demais modelos, embora tenha apresentado coeficiente de determinação (R^2) na faixa de 0,78 a 1,00, os valores de *ERM* são extremamente elevados, na faixa de 12,00 a 99,90% e portanto os ajustes não podem ser considerados para aplicações nas isotermas de sorção de umidade para extrato de inulina de chicória em pó.

Como o modelo de GAB descreveu bem os dados obtidos nas temperaturas estudadas, e pela sua larga aplicação em alimentos, este foi considerado o modelo para predição do conteúdo de umidade de equilíbrio para o extrato puro de inulina de chicória em pó, e é mostrado na Figura 30.

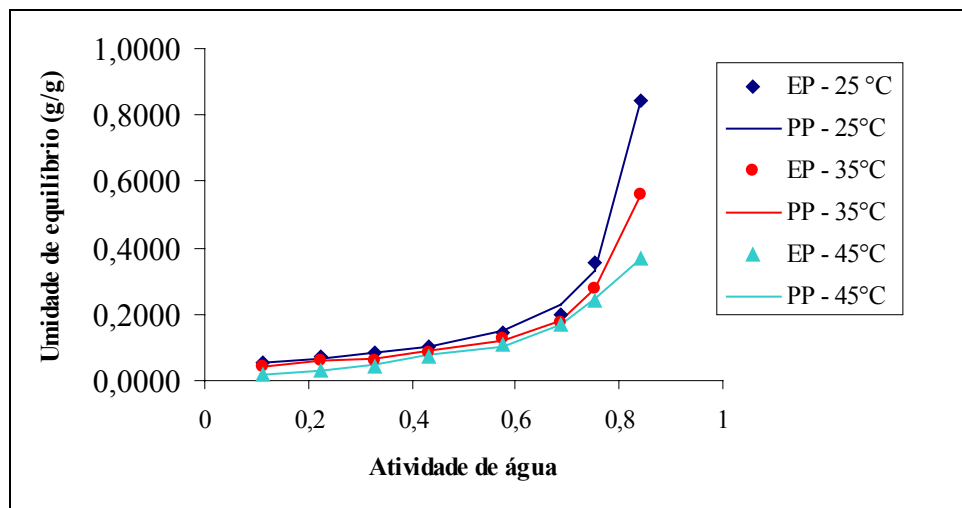


Figura 30 – Isoterma de sorção de umidade ajustada pelo modelo de GAB, para o extrato puro de inulina de chicória.

Tabela 11 – Parâmetros de ajuste das isotermas de sorção do extrato de inulina de chicória em pó para as temperaturas de 25°C, 35°C e 45°C.

MODELO	CONSTANTES	TEMPERATURA					
		25°C		35°C		45°C	
		EP	EF	EP	EF	EP	EF
BET	X_m	0,2785	0,0522	0,1238	0,0528	0,0761	0,0505
	C_{BET}	0,1640	27,5005	0,5827	23,7812	1,6916	27,2331
	N	1,87E02	12,9135	1,62E02	8,7170	1,46E02	6,7035
	R^2	0,9868	0,9977	0,9862	0,9793	0,9991	0,9950
	ERM (%)	39,7123	0,0364	29,6300	0,0779	7,4641	0,0303
BET - linear	X_m	0,2785	0,0436	0,1238	0,0391	0,0761	0,0354
	C_{BET}	0,1640	6,51E05	0,5827	2,67E06	1,6916	2,64E06
	R^2	0,9868	0,9712	0,9862	0,8901	0,9991	0,9967
	ERM (%)	39,7123	0,1139	29,6299	0,1526	7,4641	0,1781
GAB	X_m	0,0544	0,0630	0,0487	0,0727	0,0733	0,0653
	C_{GAB}	46,0146	13,4816	19,6792	10,3989	1,8187	15,7780
	K_{GAB}	1,1096	0,4444	1,1010	0,7820	1,0062	0,0284
	R^2	0,9984	0,9765	0,9995	0,9719	0,9991	0,9970
	ERM (%)	4,8735	0,1494	4,0957	0,1687	7,1401	0,0284
HALSEY	A	0,1511	0,0203	0,1180	0,0105	0,0838	0,0053
	B	0,6429	1,5523	0,7539	1,8090	0,8900	2,0261
	R^2	0,9912	0,9979	0,9932	0,9616	0,9981	0,9906
	ERM (%)	30,7999	0,0401	19,7840	0,1144	11,9954	0,0643
LANGMUIR	X_m	1,54E03	2,9072	2,02E03	0,6282	1,54E03	0,5153
	C_{LAN}	0,0002	0,0916	0,0002	0,4666	0,0002	0,4974
	R^2	0,8688	0,9532	0,7814	0,9468	0,8688	0,1725
	ERM (%)	64,5886	0,1551	55,2098	0,1583	64,5886	0,1037
OSWIN	C	0,0828	0,1070	0,0921	0,1028	0,0952	0,9340
	D	1,3676	0,4987	1,1154	0,4181	0,8999	0,3650
	R^2	0,9861	0,9985	0,9867	0,9689	0,9990	0,9973
	ERM (%)	98,6070	0,0423	98,6730	0,0940	99,9030	0,0254
PELEG	$K1$	0,1584	0,1365	0,1780	0,0630	0,2816	0,1353
	$K2$	4,2228	0,2874	2,8503	0,2044	1,1188	0,1296
	n_1	0,5187	0,5415	0,7813	0,1492	1,5189	0,5508
	n_2	10,5513	4,9160	10,4497	2,2365	9,8678	5,8805
	R^2	0,9996	0,9985	0,9990	0,9781	0,9989	0,9972
	ERM (%)	0,0411	0,0291	0,0786	0,0881	0,2871	0,0308
HENDERSON	K_{HEND}	0,0071	0,0646	*	*	*	*
	n'	0,3993	1,4897	*	*	*	*
	R^2	0,9568	0,9650	*	*	*	*
	ERM (%)	0,5361	0,1288	*	*	*	*
CHUNG**	a	4,24E03	9,66E03	*	*	*	*
	b	5,0646	14,2362	*	*	*	*
	R^2	0,8299	0,7423	*	*	*	*
	ERM (%)	0,7251	0,2791	*	*	*	*

5.4.2. Extrato formulado de inulina de chicória

Para o extrato formulado de chicória em pó, observando a Tabela 11, os modelos de BET, HALSEY, OSWIN e PELEG apresentaram os melhores ajustes das isotermas, com os valores de *ERM* na faixa de 2,54% a 9,79%, para as temperaturas de 25°C, 35°C e 45°C, considerando a faixa de atividade água (a_w) de 0,1116 a 0,8444. O modelo de GAB apresentou ajuste considerado extremamente bom apenas para a temperatura de 45°C, com valor de *ERM* igual a 2,84%. O modelo de CHUNG não só apresentou valores de *ERM* altos como também estimou valores de conteúdo de umidade de equilíbrio negativos, indicando sua total inadequação ao produto em estudo.

Para o extrato formulado de inulina de chicória em pó, considerando o modelo que permitisse a obtenção de melhores informações para fins de comparação entre os dois produtos (puro e formulado), foi escolhido o modelo de BET, uma vez que o conteúdo de umidade na monocamada também é estimado, e a isoterma é mostarda na Figura 31.

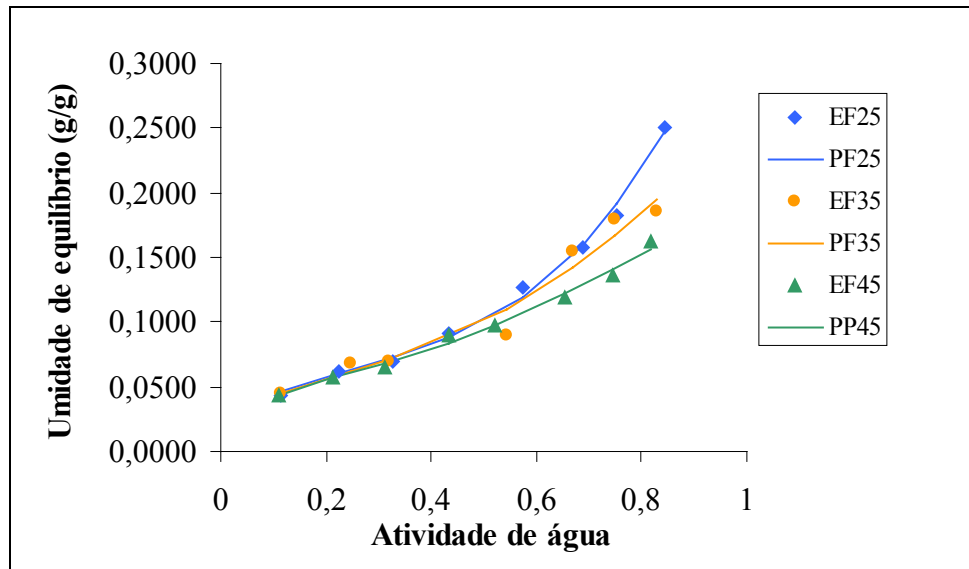


Figura 31 - Isoterma de sorção de umidade ajustada pelo modelo de BET, para o extrato formulado de inulina de chicória

Observando a Tabela 11, considerando o modelo de BET os valores do conteúdo de umidade na monocamada (X_m) são 0,2785, 0,1238 e 0,0761, enquanto que para o extrato formulado valores de X_m são 0,0522, 0,0528 e 0,0505 g/g de matéria seca, para as temperaturas de 25°C, 35°C e 45°.

Nota-se que para o produto formulado os valores de X_m sofreram leves alterações com a variação da temperatura, enquanto que para o produto puro é observada a diminuição na capacidade de sorção do material em função da temperatura, onde os valores de X_m decrescem com a elevação da temperatura. O produto formulado apresenta valores de X_m menores que os observados para o produto puro, concluindo-se que o produto é menos higroscópico, facilitando as operações de manuseio e embalagem nas condições de temperatura estudadas.

Os extratos puros e formulados de inulina de chicória em pó apresentaram higroscopicidade semelhante aos produtos amiláceos analisados por LOMAURO, BAKSHI e LABUZA (1985) que obtiveram valores de X_m variando de 0,0323 a 0,1297. SCHAR e RUEG (1985) citam valores de X_m de 0,0605 a 0,0863 para produtos de mistura de farinha de trigo e caseína. CADDEN (1988) estudou o efeito do beneficiamento no conteúdo de umidade na monocamada (X_m) de diversas fibras alimentícias. Observou que os valores de X_m sofreram uma diminuição de 0,0667 na recepção para 0,0636 na seleção seguido de 0,0595 na moagem para amostras de trigo a 4°C, porém para as temperaturas de 25°C e 37°C os valores de X_m foram mantidos praticamente constantes nas etapas de recepção e seleção, sofrendo uma diminuição na moagem. Já para a aveia, o beneficiamento favoreceu o aumento dos valores de X_m de 0,0638 na recepção para 0,0685 na seleção seguido de 0,0731 na moagem na temperatura 4°C. Nas temperaturas de 25°C e 35°C os valores de X_m apresentaram ligeiras alterações em suas magnitudes, mas mantendo o comportamento de aumento de valores de X_m com o beneficiamento.

KIRANOUDIS et al. (1993) determinaram o conteúdo de umidade de equilíbrio para alguns produtos vegetais como batata, cenoura, tomate, pimenta verde e cebola para atividades de água na faixa de 10 a 90% para as temperaturas de 30°C, 45°C e 60°C, ajustando os dados experimentais ao modelo de GAB, obtendo valores de X_m de 0,087 a 0,212.

VALENTINI et al. (1997) determinaram as isotermas de sorção para canola (*Brassica napus*) a 32°C e observaram que o modelo de Peleg e BET e GAB apresentaram um bom ajuste para as isotermas de adsorção e dessorção, com erro relativo menor que 10%, obtendo valores de X_m iguais a 0,0234 e 0,0188 quando estimados pelos modelos de BET e GAB respectivamente.

5.5. MICROESTRUTURA

As amostras foram observadas ao microscópio eletrônico de varredura, buscando informações sobre a influência das condições de processo, como formulação e temperatura, em relação à microestrutura dos produtos em pó obtidos a partir da secagem por atomização do extrato de chicória formulado com amido hidrolisado e amido modificado.

Todas as amostras obtidas dos ensaios relacionados na Tabela 12, apresentaram partículas de tamanhos variados, tendo sido observadas microcápsulas com superfície externa arredondada, com exceção do extrato puro, Figura 34 (d) e (e), com formação de concavidades como pode ser observado nas Figuras, 32, 33 e 34.

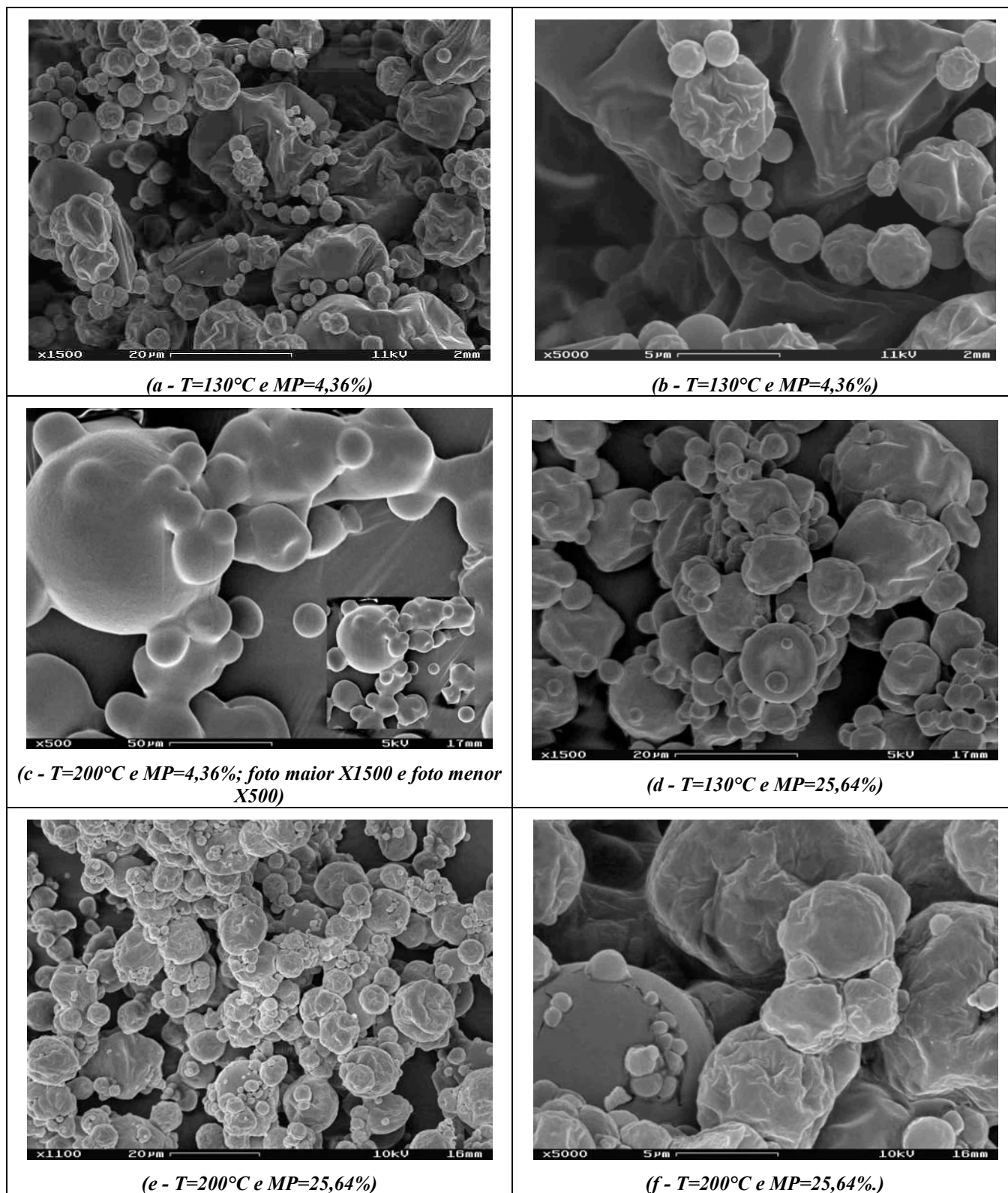


Figura 32: Efeito das condições de processo na microestrutura da inulina de chicória em pó.

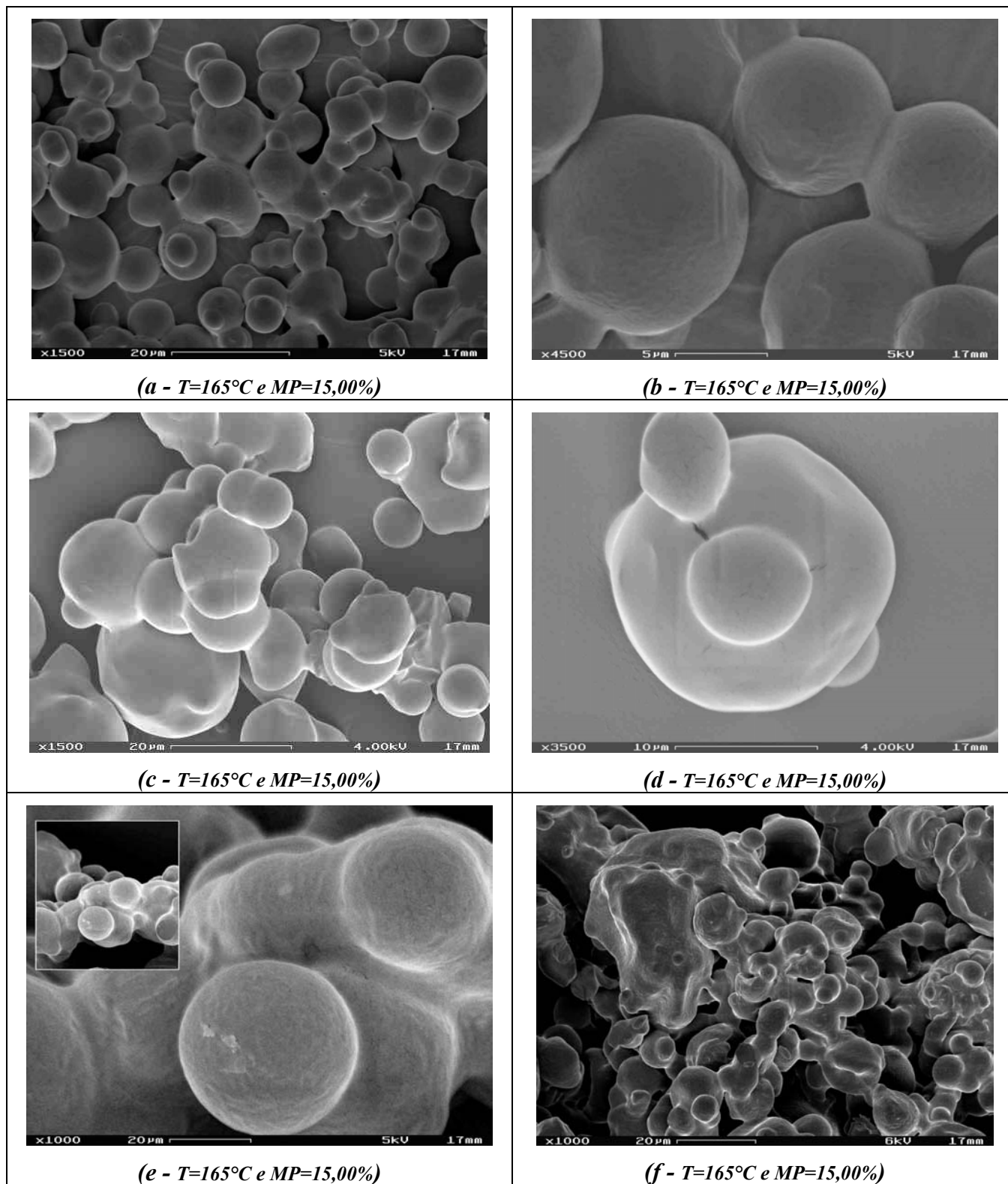


Figura 33: Efeito das condições de processo na microestrutura da inulina de chicória em pó.

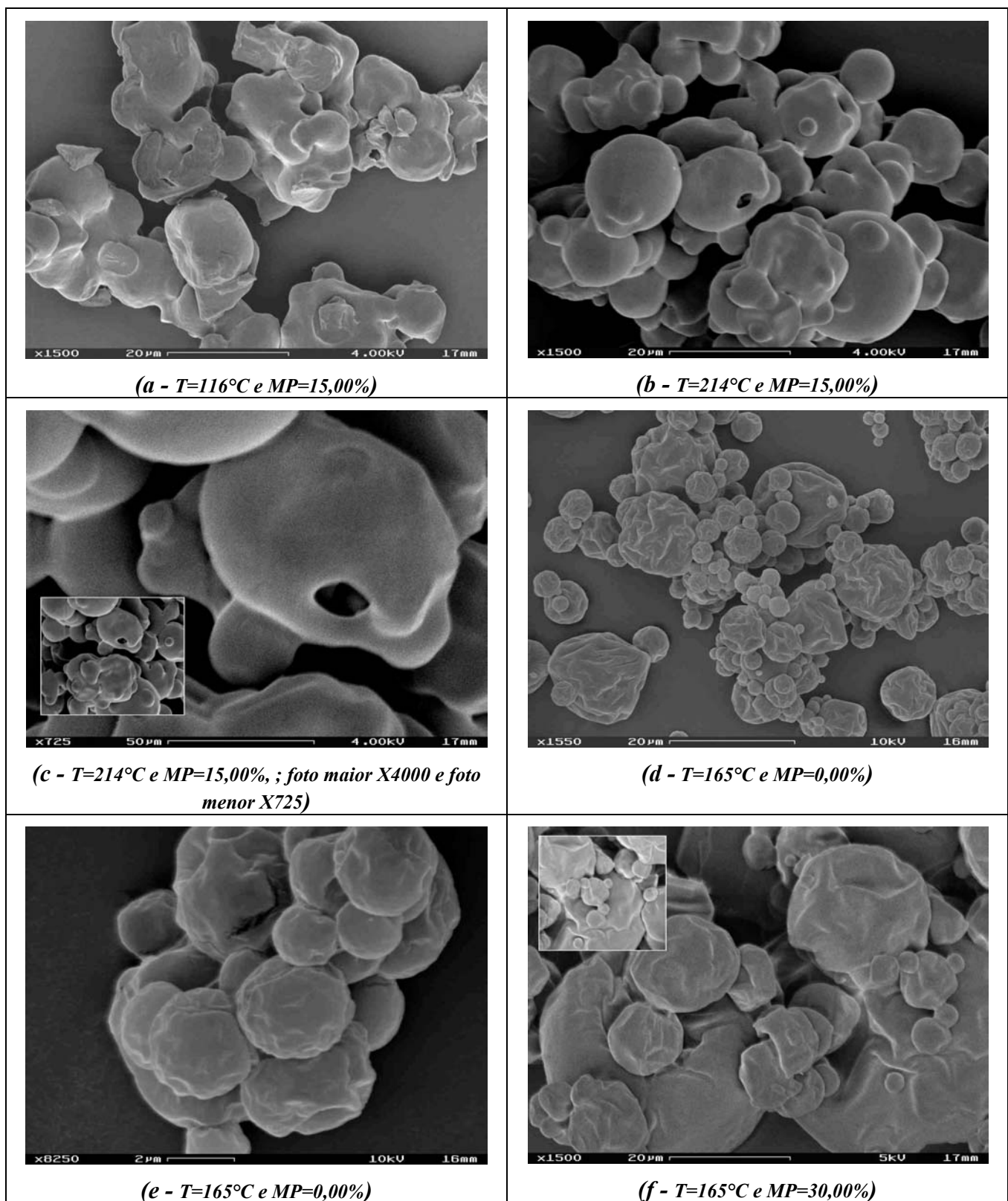


Figura 34: Efeito das condições de processo na microestrutura da inulina de chicória em pó..

O aparecimento de dentes e concavidades na superfície é atribuído à rápida evaporação das gotículas de líquido durante o processo de secagem no atomizador. De acordo com ROSEMBERG KOPELMAN e TALMON (1985), a formação de microestruturas deste tipo, que é característica de polímeros, afeta as condições de escoamento, e a integridade das microcápsulas é relacionada à retenção do material ativo que deve ser protegido.

ROSEMBERG, KOPELMAN e TALMON (1985) estudando o uso do microscópio eletrônico de varredura como técnica para seleção e elucidação da formação de microestruturas, preparou uma emulsão goma arábica, maltodextrina e uma resina que não introduz artefatos de interação com os materiais de formação de parede, observando microcápsulas com microestruturas dentadas, arredondadas, sem fissuras ou poros com grande variação do tamanho das partículas.

TRINDADE (1998) também observou efeito semelhante na formação de microcápsulas de ácido ascórbico.

Avaliando a influência das condições de processo relacionadas a este estudo, como temperatura de entrada e temperatura de saída ($(T_e)/T_s$) e porcentagem de material de parede (%MP) adicionado ao extrato para a formação da suspensão de alimentação do spray dryer, pode ser observado na Figura 32, que os produtos mostrados em (a) e (b), e (d) apresentaram microestrutura com tendência à formação de esferas de diferentes tamanhos, mas com muita rugas em toda extensão na superfície. Aumentando a temperatura para 200°C/119°C, mesmo para o nível mínimo utilizado de material de parede, MP = 4,36%, ocorreu a formação de estruturas esféricas de diferentes tamanhos, mas com superfície externa homogênea, com leve rugosidade, conforme produto mostrado em (c).

Na Figura 32 (e) e (f), foi mantida a temperatura em 200°C/119°C, mas uma elevação para 25,64% de material de parede, resultando em um produto com estruturas esféricas de diferentes tamanhos mas com a superfície apresentando rugas em toda sua extensão.

Analisando a condição relativa ao ponto central, 165°C/99°C e 15% de material de parede, a Figura 33 (a), (b), (c) e (d) apresenta as microestruturas de formação esférica bem definidas de diferentes tamanhos e com leve rugosidade na superfície.

A Figura 34 (a) foi obtida a 116°C/71°C e 15% de material de parede, onde nota-se uma estrutura não definida, e apesar de possuir MP em porcentagem suficiente para a formação de estrutura, conforme já observado, a baixa temperatura de entrada no spray dryer, não foi suficiente para complementar o efeito.

Aumentando a temperatura para 214°C/112°C e mantendo MP = 15%, Figura 34 (b), observa-se que houve a formação de estrutura esférica bem definida, apresentando “buracos”, que em uma visualização ampliada Figura 34 (b), nota-se que houve o recobrimento de estruturas esféricas de tamanhos menores por uma camada formando uma esfera maior.

Analisando o produto obtido a 165°C/97°C, sem adição de material de parede, observa-se apenas o efeito da temperatura e tipo de processo de secagem, atomização, mostrando que a estrutura do material teve uma tendência à formação esférica, mas com rugas em toda a extensão da superfície, conforme Figura 34 (d) e (e).

O excesso de material de parede não favoreceu à melhoria na estrutura formada, mostrando ainda esferas com rugas na superfície, figura 34 (f).

Para visualizar a estrutura de produto similar, observou-se a estrutura de uma amostra de inulina PA (Fluka-BioChemika 57614). A estrutura observada foi totalmente diversificada em relação às amostras obtidas nos ensaios, mostrando a ocorrência de estruturas pontiagudas, Figura 35.

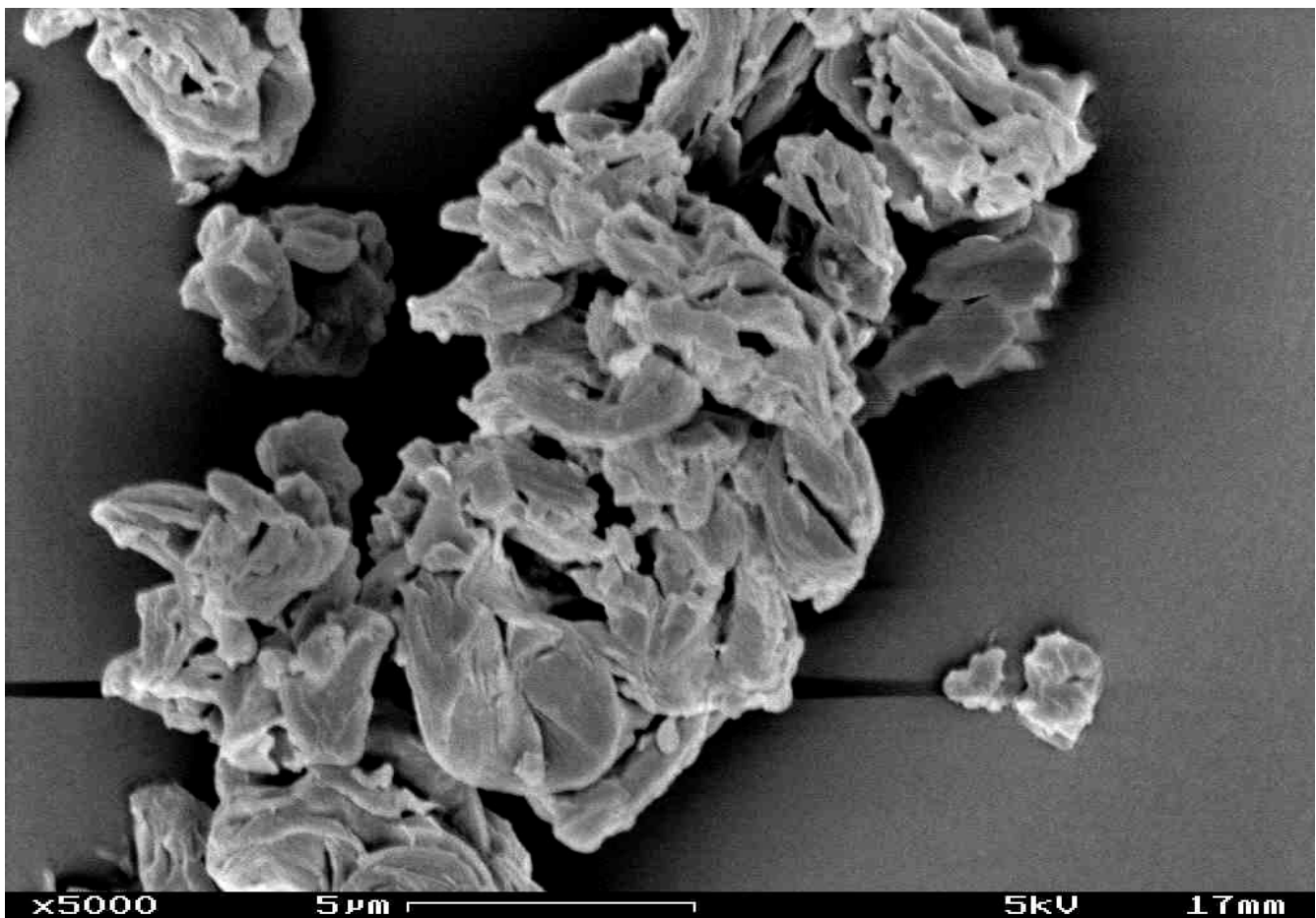


Figura 35: Microestrutura da inulina PA.

Devido a grande diferença de morfologia observada nas Figuras, 32, 33 e 34, e para ter um parâmetro de comparação foram determinados o menor e o maior diâmetro das partículas caracterizando a faixa máxima de variação.

A Tabela 12 apresenta a variação de tamanho das partículas observada nos produtos obtidos da secagem por atomização do extrato de inulina de chicória.

Tabela 12 – Valores máximos e mínimos do diâmetro das partículas de extrato de inulina de chicória em pó para cada condição de ensaio no spray dryer.

Amostra	T _e (°C)	T _s (°C)	%MP	Diâmetro menor (µm)	Diâmetro maior (µm)	Δ variação (µm)	R _{inu} (%)
1	130	81	4,36	0,98	5,00	4,02	60,31
2	200	109	4,36	6,06	34,85	28,79	62,85
3	130	81	25,64	2,00	12,75	10,75	86,27
4	200	119	25,64	0,76	11,82	11,06	95,87
5	165	99	15	5,88	14,12	8,24	82,75
7	165	99	15	8,70	20,00	11,3	82,32
8	165	99	15	4,23	15,38	11,15	81,03
9	116	71	15	3,25	14,00	10,75	75,06
10	214	112	15	3,00	15,75	12,75	93,73
11	165	97	0	1,46	15,12	13,66	40,01
12	165	82	30	1,50	13,00	11,5	70,71

Pode-se observar que houve uma grande variação de tamanho em todas as amostras, que apresentaram cápsulas de diâmetros variando de 0,75µm a 34,85µm. Estes valores estão dentro da faixa de tamanho de partículas relatada por NONHEBEL e MOSS (1971).

A amostra 1 embora tenha apresentado menor variação de tamanho, produziu partículas de tamanho menor na ordem de 0,98µm a 5,00µm.

VI. CONCLUSÃO

- ✓ O extrato de inulina de chicória puro ou formulado com amidos hidrolisado e/ou modificado apresentou comportamento de fluido não-newtoniano, com características pseudoplásticas, nas temperaturas de 25°C, 40°C e 55°C e 5% a 30% de material de parede.
- ✓ Os extratos formulados apresentaram maiores valores de índice de comportamento n com tendência a comportamento de fluido newtoniano.
- ✓ A análise simultânea das variáveis de mistura e de processo indicou que a temperatura exerce menor influência na viscosidade aparente que a porcentagem de material de parede.
- ✓ A faixa otimizada para obter maiores rendimentos em inulina de chicória por o processo de secagem por atomização é de 11,77% a 28,94% de material de parede, e de 156°C a 214°C de temperatura.
- ✓ A microencapsulação propiciou maior rendimento de inulina no processo
- ✓ O modelo de GAB apresentou melhor ajuste para as isotermas de sorção a 25°C, 35°C e 45°C para o extrato puro de inulina de chicória.
- ✓ Os modelos de BET, Halsey, Oswin e Peleg apresentaram bons ajustes para as isotermas de sorção a 25°C, 35°C e 45°C, para o extrato formulado de inulina de chicória.
- ✓ Através dos valores de conteúdo de umidade na monocamada (X_m), obtidas pelo modelo de BET, observa-se a diminuição da capacidade de sorção do material formulado com pouca dependência da temperatura.
- ✓ Para o extrato puro de inulina de chicória os valores de X_m diminuem com o aumento da temperatura de 25°C a 45°C.
- ✓ As condições de processo tiveram influência na formação de superfície das microcápsulas, indicando que as temperaturas do ar de secagem tiveram maior influência na obtenção de microcápsulas de estruturas de superfícies mais uniformes quando combinadas com porcentagem de material de parede nos níveis estudados de 4 a 15%.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ACTIVE FOOD SCIENTIFIC MONITOR – **An Orafti newsletter**, n.2, p.1-9, 2000.
- [2] ACTIVE FOOD SCIENTIFIC MONITOR – **An Orafti newsletter**, n.4, p.1-12, 2001.
- [3] AGUERRE, R.J., SUAREZ, C., VIOLLAZ, P.E. New BET type multilayer sorption isotherms. Part II: Modeling water sorption in foods, **Lebensmittel-Wissenschaft & Technologie**, London, v.22, n.4, p.192-195, 1989.
- [4] AGUILERA, J. M.; STANLEY, D. W. **Microstructural Principles of Food Processing & Engineering**. 1.ed. Cambridge: Elsevier Applied Science, 1990. 343 p.
- [5] AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS. APPROVED METHODS, 8 ed. v.2, AACC . Saint Paul, 1990 (Método 46-12)..
- [6] ANDERSON R. L.; BANCROFT, T. A. **Statistical Theory in Research**. New York: McGraw-Hill, 1952
- [7] APPLIED TECHNOLOGY. Converting chicory - not just a cup of coffee, **Dairy Foods**, Chicago: Cahners, v.94, n.11, p.112, Oct. 1993.
- [8] ARSHADY, R. Microcapsules for food. **Journal of Microencapsulation**, London, v.10, n.4, p.413-435, 1993.
- [9] ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis of A.O.A.C. international**. 16 ed. Arlington, Virginia, 1998.
- [10] AZOUBEL, P. M. **Estudo da cinética de desidratção por imersão e secagem de tomate cereja (*Lycopersicon esculentum var. cerasiforme*)**. 1999.102p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- [11] BAKAN, J. A. Microencapsulation of foods and related products. **Food Technology**, Chicago, v.27, n.11, p.34-44, 1973.
- [12] BAKAN, J. A.; ANDERSON, J. L. Microencapsulation. In: LACHMAN, L.; LIEBERMAN, H. A.; KANIG, J.L. **The Theory and Practice of Industrial Pharmacy**. 1.ed. Philadelphia:LEA & FEBIGER, 1970. 384 p.
- [13] BALASSA, L. L.; FANGER, G. O. Microencapsulation in the food industry. **CRC Critical Reviews in the food technology**, Boca Raton, v.2, n.2, p.245-265, 1971.
- [14] BANGS, W. E.; REINICCIUS, G. A. Corn Starch derivatives: possible wall materials for spray dried flavors. In: ACS SYMPOSIUM SERIES, n. 370, 1987, New Orleans **Flavor encapsulation**. Washington: American Chemical Society, 1988. 202p. p.12-28.
- [15] BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Planejamento e otimização de experimentos**. 2ed. Campinas: Editora da UNICAMP, 1996. 299p.
- [16] BERLIN, E.; ANDERSON, B. A.; PALLANSCH, M. J. Water Sorption by Dried Dairy Products Stabilized with Carboximetil Cellulose. **Journal of Dairy Science**, Mendota, v.56, n.6, p. 685-689, 1973.

- [17] BILLON, A.; BATAILLE B.; CASSANAS, G.; JACOB, M. Development of spray-dried acetaminophen microparticles using experimental designs. **International Journal of Pharmaceutics**, Amsterdam, v.203, n.1-2, p.159-168, 2000.
- [18] BOBBIO, P. A; BOBBIO, F. O. **Química do Processamento de Alimentos**. 2. ed. Campinas: Fundação Cargill, 1983. 232p.
- [19] BORTOLOTTI J. A. **Análise de variáveis de processo e mistura pelo método “split-plot”**. 2001. 123p. Dissertação (Mestrado em Físico-Química) – Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- [20] BOX, G.E.P.; HUNTER, W.G.; HUNTER, J.S. **Statistics for experimenters: an introduction to design, data analysis and model building**. 1. ed. New York: John Wiley & Sons, 1978. 653 p.
- [21] BRANCO, I.G. **Suco de laranja concentrado: comportamento reológico a baixas temperaturas**. 1995. 91f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- [22] BROADHEAD, J.; ROUAN, S. K.E.; HAU, I.; RHODES, C.T. The effect of process and formulation variables on the properties of spray-dried beta galactosidase. **Journal of Pharmacy and Pharmacology**, London, v.46, n.6, p.458-467, 1994.
- [23] BROOKER, D.B.; ARKEMA, F.W.B.; HALL, C.W. **Drying cereal grains**. 1.ed. Connecticut: The AVI Publishing Company, Inc., 1974. 265 p.
- [24] BRUNAUER, S.; EMMETT, T.H; & TELLER, F. Adsorption of gases in multimolecular layers. **J. American Chemical Society, Easton**, v.60, n.2, p.309-319, 1938.
- [25] CADDEN, A. Moisture Sorption Characteristics of Several Food Fibers. **Journal of Food Science**, Chicago, v.53, n.4, p.1150-1155, 1988.
- [26] CÂNDIDO, L.M.B. & CAMPOS, A. M. **Alimentos para fins especiais: dietéticos**. 1.ed. São Paulo: Livraria Varela, 1995. 423 p.
- [27] CARDELLO, H. M. A. B.; CELESTINO, E. , M. Encapsulação de aromas e sabores: utilização de amidos como agentes encapsulantes. **Boletim SBCTA**, Campinas, v. 30, n.2, p.166-171, 1996.
- [28] CHIRIFE, J.; IGLESIAS, H. A. Equations for fitting water sorption isotherms of foods: part 1 – a review. **Journal of Food Technology**, London, v. 13, p.159-174, 1978.
- [29] COLLINS, M.; MCCOY, J. E. Chicory productivity, forage quality, and response to nitrogen fertilization. **Agronomy Journal**, Madison, v.89, n.2, p.232-238, 1997.
- [30] CORNELL, J. A. Process variables in the mixture problem for categorized components. **Journal of the American Statistical Association**, New York, v.66, n.333, p.42-48. 1971.
- [31] CORNELL J.A. Analyzing data from mixture experiments containing process variables: A split-plot approach. **Journal of Quality Technology**, Wiscosin, v.20, n.1, p.2-23, 1988.
- [32] CORNELL, J.A. Some comments on designs for Cox’s mixture polynomial **Technometrics**, Washington, v.17, n.1, p.25-35, 1975.
- [33] CORNELL, J.A. Weighted x unweightd estimates using Scheffé’s mixture model for symmetrical error variances patterns. **Technometrics**, Washington, v.19, n.3, p.237-247, 1977.

- [34] COUSSEMET, P.; de LEENHEER, L.; SMITS, G. Branched fructo-oligosaccharides, method for obtaining them and products containing them. **USA Patent** n.5,659,029, aug.19, 1997.
- [35] COUSSEMET, P.; FRANCK, A. New food applications for inulin. **Agro Food Industry Hi-Tech**, Milano, v.9, n.3, p.26-28, 1998.
- [36] DIB TAXI, C. M. A. **Suco de camu-camu (*Myrciaria dubia*) microencapsulado obtido através de secagem por atomização**. 2001. 166p. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos)-Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- [37] DINIZ F.M.; MARTIN, A .M. Use of response surface methodology to describe the combined effects of pH, temperature and e/s ratio on the hydrolysis of dogfish (*Squalus acanthias*) muscle. **International Journal of Food Science and Technology**, Oxford, v.31, n.5, p. 19-426, 1996.
- [38] DUFFIE, J. A; MARSHALL Jr., W.R. Factors influencing the properties of spray dried materials. **Chemical Engineering Progress**, New York, v.49, n.8, p.417-423, 1953.
- [39] DUSTAN, D. E., CHAI, E., LEE, M., BORGER, D. V. The reology of engineered polysaccharides. **Food Hydrocolloids**, Oxford, v.9, n.4, p.225-228, 1995.
- [40] DZIEZACK, J. D. Microencapsulation and encapsulated ingredients. **Food Technology**, Chicago, v.42, n.4, p.136-148, 1988.
- [41] FIGUEIRA, G. M . **Desenvolvimento agrotecnológico da espécie *Cichorium intybus* L** Campinas, 2000. 68p. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola)- Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, Campinas
- [42] FURLENMEIER, M. **Plantas curativas y sus propiedades medicinales**. Editorial Schwitler S. A. P. 66-67, 1978.
- [43] FURUTA, T. HAYASHY, H.e OHASHI, T. Some criteria of spray dryer design for food liquid. **Drying technology**, New York, v.12, n.162, p. 151-177, 1994.
- [44] GAL, S. Recent developments in techniques for the determination of sorption isotherms. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON WATER RELATIONS OF FOODS, 1974, Glasgow. **Water relations of foods**. London: Academic, 1975. 716 p. p.139-154.
- [45] GINER, J.; IBARZ, A. GARZA, S.; XHIAN-QUAN, S. Reology of clarified cherry juices. **Journal of Food Engineering**, Oxford, v. 30, n1/2, p.147-154, 1996.
- [46] GREENSPAN, L. Humidity fixed points of binary saturated aqueous solutions. **Journal of Research of Standards A. Physics and Chemistry**, Washington, v.81, n.1, p. 89-86, 1977.
- [47] GREGG, S. J. e SING, K. S. W. **Adsorption. Surface Area and Porosity**. 2. ed. New York: Academic Press, 1967. 303p.
- [48] GUSTAFSON, R. J.; HALL, G. .Equilibrium moisture content of shelled corn from 50 to 155°F. **Transaction of the ASAE**, St Joseph, v.17, n.1, p.120-124, 1974.
- [49] HASSAN, B.H. e HOBANI, A.I. Flow properties of Roselle (*Hibiscus sabdariffa* L.) extract. **Journal of Food Engineering**, Oxford, v.35, n.4, p.459-470, 1998.
- [50] HEATH, H. B. Spray dried flavors: ingredients of the future. **Food, Flavorings, Ingredients, Packing and Processing**, v.4, n.10, p.7-8, 1982.

- [51] HEATH, H. B.; REINECCIUS, G. A.. **Flavor Chemistry and Technology**. 1.ed. New York: Avi, 1986. 442 p.
- [52] HEGENBART, S. Encapsulated ingredients keep problems covered. **Food Product Design**, v.3, n.1, p. 28-34, 1993.
- [53] HENDERSON, S. M. A basic concept of equilibrium moisture. **Agricultural Engineering**, St Joseph, v. 33, n.1, p.29-32, 1952.
- [54] HEWITT, L. Fight the good fat. **Food Manufacture**, London, v.69, n.10, p.20, 1994.
- [55] HIDAKA, H.e HIRAYAMA, M. Useful characteristics an commercial applications of fructo-oligosacarides. **Biochemical Society Transactions**, London, v.19, n.3, p. 561-565, 1991.
- [56] HOEHN, E.; MURRAY,E.D.; McKAY, C.J. Production of high fructose syrup from inulin involving ultrafiltration. **USA Patent** n.4,421,852, dec.20,1983.
- [57] HOLDSWORTH, S. D. Applicability of rheological models to the interpretation of flow and processing behavior of fluid food products. **Journal of texture studies**, Trumbull, v.2, n.4, p.393-418, 1971.
- [58] HUBINGER, M.; MENEGALLI, F. C.; AGUERRE, R. J.; SUAREZ, C. Water adsorption isotherms of guava, mango and pineapple. **Journal of Food Science**, Chicago, v.57, n.6, p.1405-1407, 1982.
- [59] IGLESIAS, H. A.; CHIRIFE, J. An Empirical Equation for Fitting Water Sorption isotherms of Fruits and Related Products. **Journal of Inst. Can. Sci. Technol. Aliment**, Ottawa, v.11, n.1, p. 12-15, 1978.
- [60] IGLESIAS, H. A ; CHIRIFE, J. BET monolayer in dehydrated foods and food components.; **Lebesm. Wiss. u. Technol.**, London, v.9, n.2, p.107-113, 1976.
- [61] IGLESIAS, H.A; CHIRIFE J. **Handbook of food isotherms: water sorption parameters for food components**. 1.ed. New York: Academic Press, 1982. 374 p.
- [62] INULINA e oligofrutose: novas aplicações em laticínios com baixo teor de gordura **Aditivos & Ingredientes**, São Paulo, v.10, p.46, set./out. 2000.
- [63] JAAFAR, F.; MICHALOWSKI, S. Modified BET Equation for sorption/dessorption isotherms. **Drying Technology**, New York, v.8, n. 4. P. 811-827, 1990.
- [64] JACKSON, L. S.; LEE, K. Microencapsulation and the food industry. **Lebensmittel-wissenschaft u. Technologie**, London, v. 24, n. 4, p. 289-287, 1991.
- [65] KALIL, A.C. **Manual Básico de Nutrição**. São Paulo, 1975.
- [66] KENYON, M. M.; ANDERSON, R. J. Maltodextrins and low-dextrose-equivalence with syrup solids: production and technology for the flavor industry. In: ACS SYMPOSIUM SERIES, n.370, 1987, New Orleans. **Flavor encapsulation**. Washington: American Chemical Society,1988. 202 p. p. 7-11.
- [67] KENYON, M. M. Modified Starch, Maltodextrin, and Corn Syrup solids as wall materials for Food Encapsulation. In: ACS SYMPOSIUM SERIES, n. 590, 1995. **Encapsulation and Controlled Release of food Ingredients**. Washington: American Chemical Society, 1995. 214 p. p.42-50.

- [68] KESSEL, R. G.; SHIH, C. Y. **Scanning Electron Microscopy in Biology**. 1.ed. Berlin: Springer, 1976. 345 p.
- [69] KING, W.; TRUBIANO, P.; PERRY, P. Modified Starch encapsulating agent offer superior emulsification, film forming, and low surface oil. **Food Product Development**, Arlington Heights, v. 10, n. 10, p.54-57, 1976.
- [70] KIRANOUDIS, C. T.; MAROULIS, Z. B.; TSSAMI, E.; MARINOS-KOURIS, D. Equilibrium moisture content of some vegetables. **Journal of Food Engineering**, oxford, v.20, n.1, p. 55-74, 1993.
- [71] KIRBY, C. J.; WHITTLE, C. J.; RIGBY, N.; COXON, D. T.; LAW, B.A. Stabilization of ascorbic acid by microencapsulation in liposomes. **Journal of Food Technology**, London, v.26, n.5, p. 437-439, 1991.
- [72] KUMAR K.R. ; BALASUBRHAMANYAN, N. Moisture sorption and applicability of the BET equation for some dry foods products; **Journal of Stored Products Research**, Oxford, v.22, n.4, p.205-209, 1968.
- [73] LaBELL, F. Low-calorie tuber flour for pasta, baked goods. **Food Processing**, Chicago, v.53, n.4, p.56-58, 1992.
- [74] LABUZA, T. P. Sorption phenomena in foods. **Food Technology**, Chicago, v.22, n.3, p.263-272, 1968.
- [75] LANGMUIR, I. Adsorption of gases on glass, mica and platinum. **Journal of the American Chemical Society**, Washington, v. 46, p. 1361-1403, 1918.
- [76] LAPASIN, R.; PRICL, S. **Rheology of Industrial Polysaccharides: Theory and Applications**. 1.ed. London: Blackie Academic & Professional, 1995. 620 p.
- [77] LAURENZO, K. S.; NAVIA, J. L.; NEIDITCH, D. S. Preparation of inulin products, **USA Patent** n.5,986,365, Oct. 19, 1999.
- [78] LEE, S.C.; PROSKY, L. Perspectives on new dietary fiber definition. **Cereal Food World**, St. Paul, v.39, n.10, p.767-768, 1994
- [79] LEENHEER, L. de; HOEBREGS, H. Progress in elucidation of the composition of chicory inulin. **Starch/Stärke**, Deerfield Beach, v.46, n.5, p.193-196, 1994
- [80] LEWIS, M. J. 1. ed. **Physical properties of foods and food processing systems**. Chichester: Ellis Horwood Ltd, 1987. 465p.
- [81] LINDEN, R.; ORTEGA, G. G.; PETROVICK, P. R.; BASSANI, V. L. Response surface analysis applied to the preparation of tablets containing a high concentration of vegetable spray-dried extract. **Drug Development and Industrial Pharmacy**, New York, v.46, n.4, p.441-446, 2000.
- [82] LOMAURO C. J.; BAKSHI, A.S.; LABUZA, T.P. Moisture transfer properties of dry and semimoist foods. **Journal of Food Science**, Chicago, v.50, n. 2 p.397-400, 1985.
- [83] MARCHETTI, G. Inulina e fruttani. **Industrie Alimentari**, Pinerolo, v.32, n.319, p.945-949, 1993.
- [84] MAROULIS, Z. B.; TSAMI, E.; MARINOS-KOURIS, D. Application of the GAB Model to moisture sorption isotherms for dried foods. **Journal of Food Engineering**, Oxford, v.7,n.1, p.93, 1988.

- [85] MASTERS, K. **Spray drying handbook** 3. ed. New York: John Wiley & Sons Inc, 1979, 687 p.
- [86] MITCHELL, C.R.; MITCHELL, P. R. Instant dried dahlia inulin juice and its method of production and usage. **USA Patent** n.5,422,346, jun,06, 1995.
- [87] MORRIS, E.R. Polysaccharide Rheology and In-Mouth Perception. In: STEPHEN, A. M. **Food Polysaccharides and their applications**. 1.ed. New York: Marcel Dekker, Inc, 1995. p.517-546.
- [88] NGODDY, P. O.; BAKKER-ARKEMA, F. W. A Generalized Theory of Sorption Phenomena in Biological Materials (Part. I. The Isotherm Equation). **TRANSACTIONS OF THE ASAE**, St. Joseph, v.13,n.5, p.612-617, 1970.
- [89] NOGUEIRA, R. I.; PARK, K. J.; DEYRMENDJIAN, E. Flow properties of chicory (*Chicorium intybus* L) extract. In: INTERNATIONAL CONGRESS ON ENGINEERING AND FOOD, n.8, 2000, Puebla. **Proceedings....** Lancaster: Technomic Publishing Co. Inc., 2001. 2086 p. p.425-429.
- [90] NONHENBEL, G.; MOSS, A. A. H. **Drying of solids in the chemical industry**. 1.ed. London: Butterworth & Co., 1971. 299p.
- [91] ONWULATA, C. I.; SMITH, P.W.; COOKE, P. H.; HOLSINGER, V. H. Particle Structures of Encapsulated Milkfat Powders. **Lebensmittel-wissenschaft u. Technologie**, Londo, v.29, n.162, p.163-172, 1996.
- [92] ORAFTI. **Active Food Ingredients**. Bread – application file, p. 1-6, 1999.
- [93] PANEGASSI, V. R. **Extração e caracterização química e físico-química do galactomano de sementes de faveiro (*Dimorphandra mollis*)**. 1998. 99p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- [94] PARK, K.J.; NOGUEIRA, R.I. Modelos para ajuste de isotermas de sorção de alimentos. **Engenharia Rural**, Piracicaba, v.3, n.1, p.180-186, 1992
- [95] PARTIDA, V. Z.; LOPEZ, A. C.; GOMEZ, A. J.M. Method of producing fructose syrup of agave plants. **USA Patent** n.5,846,333, Dec, 12 1998.
- [96] PIO CORREA, M. **Dicionário das plantas úteis do Brasil**. 1.ed. Rio de Janeiro: Ministério da Agricultura, 1942. v. 2. PSZCZOLA, D.E, Two Scoops of Innovation, Please. **Food Technology**, v.50, n.3, p.38, 1996.
- [97] QUEIROZ, A. J. M., VIDAL, J .R. M., VIDAL, B. C., GASPARETTO, C. A. Influência dos sólidos suspensos na reologia do suco de abacaxi. In: **Encontro sobre escoamento em meios porosos (ENEMP)**, XXIV. 1996, Uberlândia.
- [98] RANHOTRA, G. S.; GELROTH ,J. A.; GLASER, B. K. Usable energy value of selected bulking agents. **Journal of Food Science**, Chicago, v.58, n.5, p. 1176-1178, 1993.
- [99] RAO, M. A.; COOLY, H.J. e VITALI, A.A. Flow properties of concentrated juices at low temperatures. **Food Technology**, Chicago, v. 38, n. 3, p. 113-119, 1984.
- [100] RAO, M.A. e ANANTHESWARAN, R.A. Rheology of fluid in food processing. **Food Technology**, Chicago, v.36, n. 2, p. 116-126, 1982.

- [101] RAO, M.A. Measurement of flow properties of fluid foods: developments, limitations, and interpretation of phenomena. **Journal of texture studies**, Trumbull, v.8, n.3, p.257-282, 1977.
- [102] RAO, M.A.; OTOYA PALOMINO, L. N.; BERNHARDT, L. W. Flow properties of tropical fruit purees. **Journal of Food Science**, Chicago, v.39, n.1, p.160-161, 1974.
- [103] REINECCIUS, G.A. Carbohydrates for flavor encapsulation. **Food Technology**, Chicago, v.45, n.3, p.144-146, 1991.
- [104] REIS, C.; ANDRADE, J. C.; BRUNS, R. E.; MORAN, R. C.C.P. Application of the split-plot experimental design for the optimization of catalytic procedure for the determination of Cr(VI). **Analytica Chimica Acta** Amsterdam, v. 369, n.3, p. 269-279, 1998.
- [105] RISCH, S. J. Encapsulation: Overview of uses and techniques. In: ACS SYMPOSIUM, 590, 1993, Chicago. **Encapsulation and controlled release of food ingredients**. Washington: American Chemical Society, 1995. 214 p. p.2-7.
- [106] ROBERFROID, M. Dietary fiber, inulin, and oligofructose: a review comparing their physiological effects. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, Boca Raton, v. 33, n.2, p.103-148, 1993.
- [107] ROBERFROID, M. B.; VAN LOO, J. A. E.; GIBSON, G. R. The bifidogenic nature of chicory inulin and its hydrolysis products. **Journal of Nutrition**. Bethesda, v.128, n. 1, p. 11-19, 1998.
- [108] ROBERFROID, M.; GIBSON, G.R.; DELZENNE, N. The biochemistry of oligofructose, a nondigestible fiber: an approach to calculate its caloric value. **Nutrition Reviews**, Lawrence, v.51, n.5, p.137-146, 1993.
- [109] ROBINSON, R.K. The potential of inulin as a functional ingredient. **British Food Journal**, Bradfords, v.97, n.4, p.30-32, 1995.
- [110] RODRIGUES, M. I.; KALIL, S. J.; MAUGERI, F. Planejamento fatorial e “screening design” como ferramenta para otimização de processos bioquímicos. In: SIMPÓSIO NACIONAL DE FERMENTAÇÃO, XII, 1998, Uberlândia. **Anais...**
- [111] ROSENBERG, M; KOPELMAN, I. J.; TALMON, Y. A Scanning Electron Microscopy Study of microencapsulation. **Journal of Food Science**, Chicago, v.50, n. 1, p. 139-1447, 1985.
- [112] RULKENS, W.H.; THIJSSSEN,H.A.C. The retention of organic volatiles in spray drying aqueous carbohydrate solutions. **Journal of Food Technology** Chicago,v.7, n.1, p. 95-105, 1972.
- [113] SALIB, N. A Review of Microencapsulation. **Pharmaceutical Industry**. v.39, n.5, p. 506-512, 1997.
- [114] SAMANIEGO-ESGUERRA, C. M.; BOAG, I.F.; ROBERTSON, G.L. Comparison of Regression Methods for fitting the GAB model to the moisture isotherms of some dried fruits and vegetables. **Journal of Food Engineering**, Oxford, v.13, p. 115-133. 1990.
- [115] SARAVACOS, G. D.; TSIIOUVARS, D. A.; TSAMI, E. Effect of temperature on the water sorption of sultana raisins. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 51, n.2, p. 381-394, 1986.
- [116] SARAVACOS, G.D. Effect of temperature on viscosity of fruits juice and purees. **Journal of Food Science**, Chicago, v.35, n.2, p.122-125, 1970.
- [117] SARAVACOS, G.D. Tube viscometry of fruit purees and juices. **Food Technology**, Chicago, v.22, n.12, p.1585-1588, 1968.

- [118] SCHAR, W.; RUEGG, M. The Evaluation of G. A. B. Constants from Water Vapour Sorption Data. **Lebensmittel-wissenschaft u. Technologie**. London, v.18, n.4, p.225-229, 1985.
- [119] SHAHIDI, F.; HAN, X. Q. Encapsulation of food ingredients. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, Boca Raton, v.33, n.6, p.501-547, 1993.
- [120] SHEU, T-Y; ROSENBERG, M. Microencapsulation by Spray-Drying Ethylcaprylate in Whey Protein and Carbohydrate Wall Systems. **Journal of Food Science**, Chicago, v.60, n.1, p.98-103, 1995.
- [121] SHEU, T-Y; ROSENBERG, M. Microstructure of Microcapsules of Whey Proteins and Carbohydrates. **Journal of Food Science**, Chicago, v.63, n.3, p.491-494, 1998.
- [122] SILVA, F. C. **Reologia do suco de acerola: efeito da concentração e da temperatura**. 2000. 110p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- [123] SILVA, R.F. Use of inulin as a natural texture modifier. **Cereal Foods World**, St. Paul, v.41, n.10, p.792-795, 1996.
- [124] SKELLAND, A. H. P. **Non-Newtonian flow and heat transfer**. 1.ed. New York: John Wiley & Sons, 1967. 469p.
- [125] SPARKS, R. E. Microencapsulation In: GRAYON, M.; ECKROTH, D.; GRABER, E.; KINGSBERG, A.; SIEGEL, P. M. (Eds.) **Concise Encyclopedia of Chemical Technology**. 1. ed. New York: John Wiley & Sons, 1985, p.762-763.
- [126] STANLEY, D.W.; M. A. TUNG. Microstructure of food and its relation to texture. In: MAN, J. M.; VOISEY, P. W.; RASPER, V. F.; STANLEY, D. W. **Rheology and Texture in Food Quality**, Westport :AVI Publishing Co, 1976, p.28-78
- [127] STEINMAYR, W. **Cultivation of Chicory** SAREA's Manual, sl. 1996, 16p.
- [128] TEIXEIRA NETO, R. O. QUAST, D. G. Isotermas de adsorção de umidade em alimentos. **Coletânea do Instituto de Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.8, p.141-197, 1977.
- [129] **THE JOURNAL OF NUTRITION**, v.129, n.7, p. 1395-1495, 1999
- [130] TODD, R. D. Microencapsulation and the flavor industry. **The Flavor Industry**, v.1, p.768-761, 1970.
- [131] TREYBAL, R. E. Drying. In: TREYBAL, R. E. **Mass transfer operations**.3. ed. New York: McGraw-Hill, 1963. p.569-575.
- [132] TRINDADE, M.A. **Microencapsulação de ácido ascórbico e avaliação de sua funcionalidade na estabilidade da cor em produtos cárneos curados**. Campinas, 1988. 224p. (Dissertação (Mestrado). Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP.
- [133] VALENTINI, S. R. T.; PARK, K.J.; GOMES, R. A. R.;TORO, L. F. A. VENTRUCCI, G. Determinação das isotermas de sorção e propriedades físicas de canola (*Brassica napus*). **Coletânea do Instituto de Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.27, n.1-2, p.101-109, 1997.
- [134] van der BERG, C. Description of water activity of foods for engineering purposes. In: MCKENNA, B. M. (ed.), **Engineering and food**. 1.ed. London: Elsevier Applied Science, 1984. v.1, p.311-321.

- [135] VAN LOO, J. A. E.; COUSSEMENT, P. LEENHEER, L. de, HOEBREGS, H. e SMITS, G. The presence of inulin and oligofructose as natural ingredients in the western diet. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, Boca Raton, v. 35, n.6, p. 525-552, 1995.
- [136] VANDEGAER, J. E. **Microencapsulation: processes and applications**, Plenum Press, New York, 1973.
- [137] VIDAL-BEZERRA, J. R. M. **Comportamento reológico da polpa de manga**. 2000. 159p. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- [138] VITALI, A.A.; RAO, M.A. Flow behavior of guava purees as function of temperature and concentration. **Journal of Texture Studies**, Trumbull, v.13, n.3, p.275-289, 1982.
- [139] WENDEL, S; ÇELIK, M. An overview of *Spray Drying*.tecnology. **Pharmaceutical Technology**, Abril, p.31-45, 1998.
- [140] WOLF, W, SPIESS, W., JUNG, G. **Sorption isotherms and water activity of food material**. 1. ed. London: Elsevier Science Publishing Co., 1985. 239 p.
- [141] WOODING W.M. The split-plot desing. **Journal of Quality Technology**, Wisconsin, v.5, n.1, p.16-33, 1973.
- [142] YAMAZAKI, H.; MODLER, H. W.; JONES, J.D.; ELLIOT, J. I. Process for preparing flour from Jerusalem artichoke tubers. **USA Patent** n.4,871,574, Oct. 3, 1989.
- [143] ZHANG, X. W.; LIU, X; GU, D. X.; ZHOU, W.; WANG, R.L.; LIU, P. Desorption isotherms of some vegetables. **Journal of Science and Agriculture**, W. Sussex, v. 70, n.3, p. 303-306, 1996.

APÊNDICES**APÊNDICE 1*****Tabela 1 – Tensão de cisalhamento teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, para as temperaturas de 25°C, 40°C e 55°C para extrato puro concentrado de inulina de chicória.***

γ (1/s)	τ (dina/cm ²)								
	25°C			40°C			55°C		
	EX	TE	ER	EX	TE	ER	EX	TE	ER
66,0	7,45	7,31	1,82	5,74	5,95	3,54	3,82	3,74	2,17
79,2	8,56	8,23	3,80	6,48	6,48	0,02	4,26	4,09	3,79
92,4	9,43	9,10	3,50	7,07	6,97	1,53	4,64	4,42	4,60
106,0	9,90	9,95	0,50	7,23	7,43	2,76	4,53	4,74	4,55
119,0	10,63	10,72	0,88	7,81	7,84	0,45	4,67	5,02	7,45
139,0	-	-	-	-	-	-	4,89	5,42	10,91
158,0	12,78	12,89	0,93	7,80	8,96	14,91	5,23	5,78	10,66
178,0	13,98	13,93	0,31	8,71	9,48	8,87	5,50	6,14	11,58
185,0	14,41	14,29	0,88	8,89	9,65	8,54	6,04	6,26	3,67
198,0	15,13	14,93	1,29	9,49	9,97	5,01	6,61	6,47	2,08
211,0	15,76	15,56	1,28	10,29	10,27	0,18	6,65	6,68	0,48
238,0	17,30	16,83	2,73	10,81	10,87	0,49	6,30	7,10	12,73
264,0	18,99	18,00	5,20	11,77	11,41	3,04	7,90	7,47	5,33
ERM			1,93			4,11			6,49

TE – valor teórico

EX – valor experimental

ER – erro relativo

ERM – erro relativo médio

Tabela 2 -Viscosidade aparente teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, para as temperaturas de 25°C, 40°C e 55°C para extrato puro concentrado de inulina de chicória.

γ (1/s)	η_{ap} (cP)								
	25°C			40°C			55°C		
	EX	TE	ER	EX	TE	ER	EX	TE	ER
66,0	11,41	11,37	0,35	9,04	9,35	3,42	5,79	5,72	1,28
79,2	10,80	10,67	1,19	8,78	8,41	4,24	5,38	5,18	3,63
92,4	10,19	10,11	0,77	8,16	7,69	5,40	5,02	4,77	4,96
106,0	9,38	9,64	2,73	7,25	7,10	2,03	4,29	4,43	3,16
119,0	8,95	9,25	3,42	6,94	6,64	4,34	3,94	4,16	5,66
139,0	-	-	-	-	-	-	3,53	3,82	8,31
158,0	8,07	8,38	3,87	5,16	5,64	9,28	3,30	3,57	8,27
178,0	7,85	8,04	2,39	4,95	5,26	6,24	3,09	3,35	8,43
185,0	7,80	7,93	1,69	4,92	5,14	4,59	3,27	3,28	0,19
198,0	7,63	7,74	1,48	5,03	4,94	1,78	3,34	3,16	5,44
211,0	7,46	7,57	1,55	4,92	4,76	3,22	3,15	3,05	3,12
238,0	7,28	7,26	0,25	4,60	4,44	3,34	2,65	2,86	7,91
264,0	7,19	7,00	2,57	4,44	4,18	5,69	2,99	2,70	9,57
ERM			1,86			4,46			5,72

TE – valor teórico EX – valor experimental ER – erro relativo ERM – erro relativo médio

APÊNDICE 2

Tabela 3 - Tensão de cisalhamento teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, a 25°C para extrato de chicória formulado com amido hidrolisado.

		τ (dina/cm ²) - 25°C																	
		5%			10%			15%			20%			25%			30%		
γ (1/s)	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	
14,0	1,79			2,21			3,32			4,82	4,76	1,17	10,68	10,60	0,71	12,59	12,70	0,84	
16,8	2,13			2,62			3,94			5,59	5,43	3,00	12,63	12,40	1,85	14,89	14,85	0,28	
19,6	2,47			3,02			4,56			6,35	6,38	0,52	14,56	14,35	1,46	17,16	17,25	0,52	
22,4	2,81			3,42			5,18			7,08	7,33	3,42	16,47	16,85	2,27	19,40	19,30	0,53	
25,2	3,14			3,82			5,79			7,80	8,00	2,53	18,36	18,65	1,57	21,62	21,50	0,57	
29,4	3,64			4,40			6,70			8,85			21,16	21,75	2,71	24,92	24,75	0,67	
33,6	4,13			4,99			7,61			9,88	9,74	1,46	23,93	24,10	0,69	28,17	28,15	0,07	
37,8	4,62			5,56			8,51			10,88	10,47	3,92	26,68	26,45	0,87	31,39	31,20	0,62	
39,2	4,78			5,76			8,80			11,21	11,47	2,23	27,59	27,30	1,06	32,46	32,60	0,42	
42,0	5,11			6,14			9,40			11,86	12,20	2,76	29,40	29,05	1,21	34,59	34,65	0,18	
44,8	5,43			6,52			9,99			12,51	12,67	1,24	31,20	31,75	1,72	36,70	36,75	0,13	
50,4	6,08			7,27			11,17			13,78	13,60	1,31	34,79	34,25	1,56	40,90	41,20	0,72	
56,0	6,72			8,02			12,35			15,02	14,73	1,97	38,33	38,18	0,41	45,06	45,10	0,08	
66,0	7,85			9,34			14,43	14,50	0,51	17,19			44,61			52,42			
79,2	9,10	9,33	2,50	10,78	11,15	3,29	16,70	17,10	2,36	19,51			51,42			60,40			
92,4	10,82	10,79	0,29	12,78	12,90	0,97	19,85	19,95	0,52	22,66			60,84			71,43			
106,0	12,33	12,43	0,78	14,52	14,50	0,11	22,60	22,50	0,46	25,36			69,05			81,04			
119,0	13,77	13,80	0,23	16,16	16,10	0,40	25,22	25,20	0,10	27,89			76,82			90,14			
139,0	15,96	15,90	0,40	18,68	18,50	0,96	29,23	28,90	1,13	31,68			88,66			103,98			
158,0	18,04			21,04	20,75	1,40	33,00	32,95	0,15	35,19			99,77			116,99			
178,0	20,20	20,03	0,86	23,51	23,35	0,67	36,95	37,10	0,41	38,81			111,37			130,54			
185,0	20,96	20,77	0,91	24,36	24,45	0,35	38,32	38,60	0,72	40,06			115,40			135,25			
198,0	22,36	22,37	0,05	25,95	25,90	0,21	40,87			42,35			122,86			143,97			
211,0	23,75	24,00	1,02	27,53	27,55	0,06	43,41			44,62			130,28			152,64			
238,0	26,64			30,80	30,85	0,17	48,66			49,26			145,58			170,52			
264,0	29,40	29,43	0,10	33,91	34,40	1,41	53,68			53,63			160,18			187,58			
ERM			0,71			0,83			0,71			2,13			1,39			0,43	
TE – valor teórico				EX – valor experimental				ER – erro relativo				ERM – erro relativo médio							

Tabela 4 - Tensão de cisalhamento teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, a 40°C para extrato de chicória formulado com amido hidrolisado.

τ (dina/cm ²) - 40°C																		
γ (1/s)	5%			10%			15%			20%			25%			30%		
	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER
14,0	0,98			1,38			1,95			2,76			4,37	4,37	0,02	9,33	9,49	1,69
16,8	1,17			1,64			2,32			3,29			5,12	5,20	1,53	10,82	11,02	1,78
19,6	1,35			1,90			2,69			3,81			5,85	5,76	1,63	12,27	12,55	2,22
22,4	1,54			2,15			3,05			4,33			6,57	6,55	0,35	13,68	13,95	1,93
25,2	1,72			2,41			3,41			4,85			7,28	7,22	0,84	15,06	14,95	0,73
29,4	2,00			2,79			3,94			5,62			8,32	8,34	0,20	17,07	17,05	0,14
33,6	2,27			3,16			4,48			6,39			9,35	9,46	1,20	19,03	18,90	0,71
37,8	2,54			3,53			5,00			7,15			10,35	10,22	1,30	20,95	21,00	0,23
39,2	2,63			3,65			5,18			7,40			10,68	10,64	0,42	21,58	21,60	0,09
42,0	2,81			3,90			5,53			7,91			11,34	11,67	2,79	22,83	22,85	0,09
44,8	2,99			4,15			5,88			8,41			12,00	11,93	0,57	24,06	23,85	0,89
50,4	3,34			4,63			6,57			9,41			13,29	13,30	0,08	26,48	26,75	1,00
56,0	3,70			5,12			7,26			10,41			14,56	14,43	0,91	28,86	29,15	1,01
66,0	4,33	4,33	0,07	5,98	6,00	0,45	8,48	8,81	3,76	12,19	12,23	0,36	16,79			32,99		
77,0	5,15	5,17	0,42	7,10	7,17	0,94	10,08	10,22	1,36	14,51	14,53	0,14	19,67			38,27		
92,4	5,97	6,00	0,55	8,21	8,18	0,34	11,67	11,67	0,01	16,82	16,73	0,52	22,49			43,39		
106,0	6,81	6,74	0,97	9,35	9,11	2,64	13,29	13,20	0,65	19,18	19,07	0,57	25,34			48,52		
119,0	7,61	7,60	0,04	10,43	10,33	0,90	14,82	14,47	2,47	21,42	21,47	0,21	28,02			53,32		
139,0	8,83	8,83	0,01	12,07	11,83	2,02	17,17	16,97	1,22	24,86	24,90	0,17	32,06			60,51		
158,0	9,98	9,89	0,84	13,63	13,53	0,68	19,39	19,23	0,81	28,10	28,23		35,83			67,17		
178,0	11,18	11,23	0,46	15,25	15,13	0,76	21,71	21,57	0,65	31,50	31,43		39,74			74,01		
185,0	11,60	11,50	0,89	15,81	15,67	0,93	22,51	22,50	0,06	32,68	32,47		41,09			76,38		
198,0	12,38	12,47	0,68	16,86	16,87	0,04	24,01	24,07	0,24	34,88	34,80		43,59			80,72		
211,0	13,16	13,20	0,31	17,90	18,03	0,72	25,50	25,53	0,13	37,06	37,33		46,06			85,01		
238,0	14,77	14,80	0,23	20,06	20,23	0,87	28,58	28,67		41,59			51,14			93,77		
264,0	16,31	16,57	1,57	22,12	22,40	1,25	31,53	31,73		45,93			55,95			102,03		
ERM			0,54			0,96			1,03			0,33			0,91			0,96
TE – valor teórico			EX – valor experimental			ER – erro relativo			ERM – erro relativo médio									

Tabela 5 - Tensão de cisalhamento teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, a 55°C para extrato de chicória formulado com amido hidrolisado.

τ (dina/cm ²) - 55°C																		
γ (1/s)	5%			10%			15%			20%			25%			30%		
	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER
14,0	0,72			1,03			1,29			1,57			3,29	3,19	2,98	4,98	4,99	0,13
16,8	0,86			1,22			1,53			1,86			3,79	3,86	2,04	5,81	5,71	1,79
19,6	0,98			1,41			1,78			2,15			4,27	4,20	1,64	6,62	6,66	0,62
22,4	1,11			1,59			2,02			2,44			4,74	4,79	1,11	7,41	7,33	1,06
25,2	1,24			1,77			2,26			2,73			5,19	5,29	1,86	8,18	8,29	1,31
29,4	1,43			2,04			2,62			3,15			5,85	5,88	0,45	9,32	9,47	1,61
33,6	1,61			2,30			2,97			3,57			6,50	6,64	2,11	10,43	10,56	1,25
37,8	1,80			2,56			3,32			3,99			7,12	7,14	0,23	11,52	11,60	0,72
39,2	1,86			2,65			3,44			4,12			7,32	7,31	0,25	11,88	12,03	1,29
42,0	1,98			2,82			3,68			4,40			7,73	7,65	1,08	12,59	12,30	2,33
44,8	2,10			2,99			3,91			4,67			8,13	8,06	0,82	13,29	13,07	1,69
50,4	2,34			3,33			4,38			5,22			8,91	8,81	1,03	14,68	14,60	0,54
56,0	2,58			3,66			4,84			5,76			9,67	9,66	0,13	16,04	16,13	0,54
66,0	2,99			4,26	4,28	0,56	5,66	5,70	0,70	6,72	6,81	1,32	10,99			18,43		
79,2	3,54	3,56	0,72	5,03	5,10	1,38	6,74	6,71	0,40	7,97	8,00	0,34	12,66			21,49		
92,4	4,07	4,11	0,80	5,79	5,75	0,55	7,81			9,21	9,24	0,30	14,28			24,47		
106,0	4,62	4,58	0,94	6,56	6,53	0,41	8,90	8,89	0,10	10,48	10,42	0,56	15,89			27,48		
119,0	5,14	5,08	1,03	7,29	7,17	1,67	9,94			11,68	11,53	1,29	17,39			30,29		
139,0	5,92	5,83	1,50	8,40	8,25	1,81	11,53			13,51	13,33	1,35	19,62			34,53		
158,0	6,66	6,78	1,85	9,44	9,46	0,25	13,03			15,23	15,10	0,88	21,68			38,47		
178,0	7,43	7,48	0,73	10,52	10,57	0,44	14,60	14,50	0,67	17,03	17,07	0,21	23,79			42,54		
185,0	7,69	7,68	0,16	10,90	10,90	0,03	15,15	15,10	0,30	17,66	17,60	0,35	24,51			43,95		
198,0	8,19	8,08	1,35	11,59	11,70	0,91	16,16	16,05	0,69	18,82	18,87	0,25	25,84			46,54		
211,0	8,68	8,71	0,38	12,29	12,33	0,39	17,17	17,10	0,42	19,98	20,00	0,10	27,16			49,10		
238,0	9,69	9,68	0,05	13,71			19,26	19,45	0,95	22,37	22,50	0,59	29,83			54,35		
264,0	10,65	10,70	0,44	15,07			21,27	21,40	0,61	24,65	24,90	1,00	32,33			59,31		
ERM			0,83			0,76			0,54			0,63			1,21			1,14

TE – valor teórico

EX – valor experimental

ER – erro relativo

ERM – erro relativo médio

Tabela 6 - Tensão de cisalhamento teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, a 25°C para extrato de chicória formulado com amido modificado.

		τ (dina/cm ²) - 25°C																	
		□			10%			15%			20%			25%			30%		
γ (1/s)	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	
14,0	1,80			2,11			2,58			4,12	4,15	0,90	5,72	5,71	0,23	8,79	8,74	0,64	
16,8	2,14			2,50			3,07			4,83	4,69	3,01	6,67	6,64	0,57	10,39	10,50	1,05	
19,6	2,47			2,90			3,56			5,53	5,49	0,71	7,60	7,65	0,62	11,97	11,85	0,98	
22,4	2,81			3,29			4,05			6,22	6,26	0,67	8,50	8,49	0,20	13,52	13,60	0,56	
25,2	3,13			3,68			4,53			6,90	6,96	0,86	9,39	9,49	1,07	15,07	14,95	0,78	
29,4	3,62			4,26			5,25			7,90	7,94	0,49	10,69	10,55	1,32	17,35			
33,6	4,11			4,84			5,97			8,89	8,95	0,68	11,96	11,90	0,52	19,61			
37,8	4,59			5,41			6,69			9,85	9,90	0,49	13,21	13,25	0,31	21,85			
39,2	4,75			5,60			6,92			10,17	10,23	0,57	13,62	13,70	0,59	22,59	22,90	1,36	
42,0	5,07			5,98			7,40			10,81	11,10	2,60	14,43	14,50	0,46	24,06			
44,8	5,39			6,36			7,87			11,44	11,57	1,08	15,24	15,45	1,36	25,53	25,95	1,62	
50,4	6,02			7,11			8,81			12,69	12,37	2,61	16,83	16,65	1,07	28,44	28,15	1,03	
56,0	6,64			7,86			9,75			13,92	13,63	2,11	18,39	18,25	0,77	31,32	30,95	1,21	
66,0	7,75	7,83	0,92	9,18	9,27	0,92	11,42	11,50	0,92	16,08			21,12			36,41			
79,2	9,21	9,22	0,19	10,92	10,93	0,09	13,60	13,60	0,19	18,88			24,62			43,04			
92,4	10,64	10,63	0,08	12,64			15,77	15,70	0,08	21,62			28,03			49,57			
106,0	12,11	12,07	0,36	14,40	14,37	0,23	17,99			24,39			31,47			56,22			
119,0	13,50	13,37	1,02	16,08	15,93	0,91	20,10	19,90	1,02	27,00			34,69			62,51			
139,0	15,63	15,50	0,82	18,63	18,47	0,87	23,33			30,96			39,54			72,07			
158,0	17,63	17,67	0,21	21,04	21,00	0,20	26,39	26,35	0,21	34,65			44,04			81,05			
178,0	19,72	19,63	0,45	23,56	23,50	0,27	29,59	29,60	0,45	38,47			48,69			90,41			
185,0	20,45	20,47	0,08	24,44	24,37	0,30	30,70	30,65	0,08	39,80			50,30			93,66			
198,0	21,80	21,77	0,16	26,07	26,07	0,01	32,77	32,85	0,16	42,25			53,26			99,68			
211,0	23,14	23,33	0,81	27,69	27,93	0,84	34,83	35,00	0,81	44,68			56,19			105,66			
238,0	25,92	26,07	0,56	31,05	31,17	0,39	39,10			49,66			62,18			117,99			
264,0	28,58	28,57	0,04	34,26	34,37	0,31	43,19			54,40			67,86			129,76			
ERM			0,44			0,45			0,44			1,29			0,70			1,02	

TE – valor teórico

EX – valor experimental

ER – erro relativo

ERM – erro relativo médio

Tabela 7 - Tensão de cisalhamento teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, a 40°C para extrato de chicória formulado com amido modificado.

τ (dina/cm ²) - 40°C																			
		□			10%			15%			20%			25%			30%		
$\gamma(1/s)$	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	
14,0	1,61			1,93			2,17			2,80			3,92	3,86	1,66	6,61	6,47	2,13	
16,8	1,90			2,30			2,59			3,34			4,65	4,62	0,64	7,69	7,65	0,55	
19,6	2,19			2,67			3,00			3,87			5,37	5,46	1,71	8,75	9,04	3,24	
22,4	2,47			3,03			3,42			4,41			6,08			9,78	9,81	0,34	
25,2	2,75			3,40			3,83			4,94			6,78	6,13	10,60	10,79	10,82	0,32	
29,4	3,16			3,94			4,44			5,73			7,83	7,90	0,95	12,26	12,40	1,09	
33,6	3,57			4,47			5,04			6,52			8,86			13,71	13,60	0,80	
37,8	3,97			5,01			5,65			7,31			9,89	9,92	0,34	15,12	15,00	0,82	
39,2	4,10			5,19			5,85			7,57			10,23	10,26	0,33	15,59	15,55	0,24	
42,0	4,37			5,54			6,25			8,09			10,90	10,85		16,51	16,6	0,54	
44,8	4,63			5,90			6,65			8,61			11,58	11,45	1,12	17,42	17,05	2,19	
50,4	5,15			6,60			7,45			9,65			12,92	12,95	0,24	19,22	19,05	0,90	
56,0	5,67			7,30			8,24			10,69			14,25	14,20	0,35	20,99	21,35	1,71	
66,0	6,58			8,55			9,66	9,69	0,35	12,53	12,50	0,23	16,60			24,07			
79,2	7,77	7,83	0,75	10,19	10,24	0,27	11,51	11,55	0,37	14,94	15,03	0,57	19,67			28,02			
92,4	8,93	8,93	0,01	11,81	11,8	0,41	13,35	13,30	0,35	17,35	17,33	0,10	22,70			31,86			
106,0	10,12	10,12	0,00	13,47	13,50	0,67	15,23	15,15	0,53	19,81	19,87	0,29	25,80			35,72			
119,0	11,24	12,83	12,41	15,05	15,03	0,16	17,02	17,05	0,16	22,16	21,97	0,86	28,73			39,34			
139,0	12,94			17,47	17,37	0,33	19,77	19,7	0,34	25,75	25,67	0,32	33,19			44,78			
158,0	14,54			19,76			22,36	22,30	0,26	29,15	29,23	0,28	37,40			49,82			
178,0	16,20	16,10	0,62	22,15			25,07	25,15	0,30	32,71	32,80	0,27	41,78			55,03			
185,0	16,78	16,70	0,46	22,99	22,80	0,77	26,02	25,95	0,28	33,95	33,83	0,37	43,31			56,83			
198,0	17,84	17,80	0,24	24,54	24,53	0,04	27,78	27,80	0,08	36,26			46,13			60,14			
211,0	18,90	19,00	0,51	26,08	26,17	0,30	29,53	29,65	0,40	38,56			48,94			63,41			
238,0	21,09	21,13	0,22	29,27	29,37	0,25	33,16	33,25	0,28	43,32			54,74			70,10			
264,0	23,17	23,33	0,71	32,34	32,43	0,13	36,63	36,60	0,09	47,89			60,28			76,43			
ERM			1,59			0,33			0,29			0,38			1,80			1,14	
TE – valor teórico				EX – valor experimental					ER – erro relativo					ERM – erro relativo médio					

Tabela 8 - Tensão de cisalhamento teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, a 55°C para extrato de chicória formulado com amido modificado.

τ (dina/cm ²) - 55°C																			
		□			10%			15%			20%			25%			30%		
γ (1/s)	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	
14,0	0,91			1,15			1,49			2,68			4,02	4,11	2,15	5,58	5,79	3,56	
16,8	1,08			1,37			1,77			3,20			4,70			6,52	6,38	2,19	
19,6	1,25			1,59			2,04			3,71			5,36	5,21	2,90	7,43	7,39	0,57	
22,4	1,42			1,80			2,32			4,22			6,00	5,88	2,15	8,33			
25,2	1,59			2,01			2,59			4,72			6,63	6,80	2,44	9,20			
29,4	1,84			2,33			3,00			5,48			7,56	7,72	2,08	10,49			
33,6	2,09			2,64			3,41			6,23			8,48	8,39	0,96	11,75	11,45	2,63	
37,8	2,34			2,95			3,81			6,98			9,37	9,32	0,53	12,99	12,90	0,68	
39,2	2,42			3,06			3,94			7,23			9,66	9,64	0,30	13,40	13,25	1,10	
42,0	2,59			3,26			4,21			7,72			10,25	10,14	1,13	14,20	14,3	0,67	
44,8	2,75			3,47			4,47			8,22			10,83	10,65	1,67	15,01	14,90	0,71	
50,4	3,08			3,87			5,00			9,20			11,97	12,10	1,07	16,59	16,80	1,28	
56,0	3,41			4,28			5,53			10,18			13,09	13,35	1,92	18,14	18,55	2,21	
66,0	3,98	4,00	0,40	5,00	5,02	0,34	6,46	6,28	2,81	11,93	11,97	0,33	15,06			20,86			
79,2	4,74	4,78	0,77	5,94	5,99	0,89	7,67	7,52	2,04	14,21	14,20	0,10	17,59			24,35			
92,4	5,49			6,87	6,86	0,12	8,88	8,83	0,56	16,49	16,50	0,08	20,06			27,76			
106,0	6,26	6,19	1,09	7,82	7,75	0,99	10,11	10,07	0,43	18,81	18,77	0,25	22,54			31,20			
119,0	6,99	6,93	0,82	8,73	8,71	0,20	11,28	11,20	0,75	21,03	21,00	0,13	24,88			34,42			
139,0	8,10	8,05	0,64	10,11	10,09	0,15	13,07	12,97	0,79	24,42	24,23	0,76	28,40			39,28			
158,0	9,15	9,11	0,52	11,41	11,33	0,67	14,76	14,77	0,07	27,62	27,73	0,41	31,67			43,80			
178,0	10,26	10,27	0,11	12,77	12,67	0,82	16,52	16,53	0,04	30,98	30,97	0,03	35,05			48,47			
185,0	10,64	10,77	1,19	13,24	13,20	0,33	17,14	17,70	3,18	32,15	32,17	0,06	36,22			50,08			
198,0	11,35	11,40	0,44	14,12	14,20	0,55	18,28	18,30	0,13	34,32	34,40	0,24	38,38			53,06			
211,0	12,06	12,03	0,22	15,00	15,07	0,46	19,41	19,53	0,61	36,48			40,52			56,01			
238,0	13,53	13,50	0,19	16,80	16,93	0,76	21,76	21,93	0,80	40,96			44,89			62,04			
264,0	14,93	14,93	0,02	18,54			24,00	24,13	0,54	45,26			49,03			67,76			
ERM			0,53			0,52			0,98			0,24			1,61			1,56	

TE – valor teórico

EX – valor experimental

ER – erro relativo

ERM – erro relativo médio

Tabela 9 - Tensão de cisalhamento teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, a 25°C para extrato de chicória formulado com amido hidrolisado e amido modificado.

τ (dina/cm ²) - 25°C																		
5%			10%			15%			20%			25%			30%			
$\gamma(1/s)$	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER
14,0	1,74			2,10			3,58	3,44	3,97	6,64	6,22	6,86	7,31	7,14	2,39	11,37	11,00	3,37
16,8	2,03			2,51			4,22	4,11	2,58	7,82	7,81	0,11	8,55	8,65	1,16	13,43	13,50	0,48
19,6	2,31			2,91			4,85	4,87	0,41	8,98	9,07	1,04	9,76	9,84	0,72	15,47	15,55	0,52
22,4	2,58			3,31			5,47	5,46	0,27	10,12	10,01	1,10	10,96	11,10	1,30	17,48	17,80	1,80
25,2	2,85			3,71			6,08	6,55	7,15	11,24	11,10	1,26	12,13	12,15	0,19	19,47	19,65	0,93
29,4	3,24			4,30			6,99	7,06	0,95	12,90	12,95	0,36	13,85	14,00	1,07	22,42	22,85	1,90
33,6	3,62			4,89			7,88	7,90	0,18	14,54	14,20	2,40	15,54	15,55	0,06	25,33	25,30	0,11
37,8	4,00			5,48			8,76	8,90	1,54	16,16	16,10	0,36	17,20	16,95	1,49	28,21	28,20	0,04
39,2	4,12			5,68			9,06	9,16	1,09	16,69	16,80	0,64	17,75	17,70	0,28	29,16	29,15	0,05
42,0	4,37			6,07			9,64	10,01	3,69	17,76	17,45	1,75	18,84	18,85	0,06	31,06	31,30	0,75
44,8	4,61			6,46			10,21	10,30	0,85	18,81	18,80	0,06	19,92	19,65	1,35	32,95	32,75	0,62
50,4	5,09			7,24			11,36	10,70	6,13	20,90	21,15	1,17	22,04	22,05	0,02	36,70	36,05	1,81
56,0	5,56			8,01			12,49	12,05	3,62	22,97	23,35	1,63	24,14	24,35	0,86	40,42	40,20	0,54
66,0	6,38	6,40	0,18	9,39	9,46	0,84	14,48			26,61			27,81			46,97		
79,2	7,44	7,46	0,31	11,19	11,25	0,52	17,06			31,33			32,55			55,50		
92,4	8,46	8,53	0,79	12,99	13,10	0,86	19,60			35,96			37,18			63,90		
106,0	9,50	9,62	1,30	14,83	14,90	0,49	22,18			40,66			41,85			72,46		
119,0	10,46	10,25	2,07	16,58	16,70	0,73	24,62			45,10			46,24			80,54		
139,0	11,92	11,55	3,18	19,26	18,70	2,99	28,32			51,83			52,87			92,84		
158,0	13,27	13,10	1,28	21,79	21,40	1,85	31,78			58,13			59,04			104,39		
178,0	14,66	14,45	1,47	24,45	23,80	2,74	35,39			64,67			65,43			116,41		
185,0	15,14	14,75	2,67	25,38	24,95	1,72	36,64			66,94			67,64			120,60		
198,0	16,03	16,00	0,19	27,10	27,15	0,19	38,95			71,14			71,72			128,32		
211,0	16,91	17,20	1,69	28,81	29,40	2,00	41,25			75,31			75,76			136,01		
238,0	18,70	18,90	1,04	32,36	32,95	1,78	45,97			83,88			84,05			151,85		
264,0	20,40	21,10	3,31	35,77	36,35	1,60	50,47			92,03			91,91			166,96		
ERM			1,50			1,41			2,49			1,44			0,84			0,99
TE – valor teórico			EX – valor experimental			ER – erro relativo			ERM – erro relativo médio									

Tabela 10 - Tensão de cisalhamento teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, a 40°C para extrato de chicória formulado com amido hidrolisado e amido modificado.

τ (dina/cm ²) - 40°C																		
γ (1/s)	5%			10%			15%			20%			25%			30%		
	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER
14,0	1,89			2,12			2,95			3,52			5,64	5,54	1,89	8,25	7,97	3,45
16,8	2,17			2,47			3,49			4,17			6,68	6,81	1,84	9,66	9,76	1,01
19,6	2,44			2,82			4,04			4,81			7,70	7,64	0,80	11,03	11,25	1,94
22,4	2,69			3,15			4,58			5,44			8,71	8,81	1,17	12,38	12,80	3,28
25,2	2,94			3,48			5,11			6,07			9,71	9,83	1,15	13,71	13,60	0,78
29,4	3,30			3,96			5,90			7,01			11,20	11,35	1,34	15,66	15,80	0,90
33,6	3,64			4,43			6,69			7,94			12,67	12,50	1,33	17,57	17,10	2,75
37,8	3,98			4,89			7,47			8,85			14,12	13,85	1,96	19,45	19,25	1,05
39,2	4,09			5,04			7,73			9,16			14,60	14,25	2,48	20,07	20,10	0,13
42,0	4,31			5,34			8,25			9,76			15,56	15,55	0,09	21,31	21,45	0,67
44,8	4,52			5,64			8,76			10,37			16,52	16,65	0,78	22,53	22,75	0,98
50,4	4,94			6,22			9,78			11,57			18,42	18,55	0,71	24,94	24,60	1,38
56,0	5,34			6,80			10,80			12,76			20,30	20,50	0,98	27,31	27,45	0,50
66,0	6,04	6,26	3,48	7,80	7,88	0,98	12,60	12,55	0,37	14,86	15,00	0,94	23,62			31,48		
79,2	6,92	7,05	1,78	9,09	9,22	1,41	14,94	14,85	0,63	17,60	17,50	0,58	27,95			36,85		
92,4	7,77	7,82	0,71	10,35	10,40	0,49	17,27	17,35	0,49	20,31	20,25	0,31	32,23			42,09		
106,0	8,61	8,53	0,95	11,61	11,50	0,98	19,64	19,85	1,08	23,08	22,80	1,21	36,59			47,39		
119,0	9,39	9,14	2,65	12,80	12,83	0,28	21,89	21,95	0,30	25,69	25,50	0,76	40,71			52,37		
139,0	10,54	10,08	4,55	14,58	14,40	1,25	25,31	25,10	0,85	29,68	29,75	0,22	46,99			59,89		
158,0	11,60	11,47	1,18	16,23	16,07	1,05	28,54	28,40	0,51	33,44			52,89			66,90		
178,0	12,68	12,47	1,75	17,94	17,57	2,14	31,92	32,15	0,73	37,35			59,04			74,15		
185,0	13,06	12,90	1,21	18,53	18,20	1,83	33,09	33,25	0,48	38,71			61,18			76,66		
198,0	13,74	13,43	2,25	19,62	19,67	0,24	35,27	35,35	0,24	41,24			65,14			81,29		
211,0	14,41	14,47	0,42	20,70	20,70	0,02	37,43	37,05	1,03	43,75			69,08			85,88		
238,0	15,76	16,10	2,09	22,90	23,17	1,16	41,90			48,92			77,20			95,29		
264,0	17,03	18,03	5,54	24,98	25,77	3,06	46,18			53,87			84,95			104,22		
ERM			2,20			1,15			0,61			0,67			1,27			1,45
	TE – valor teórico			EX – valor experimental			ER – erro relativo			ERM – erro relativo médio								

Tabela 11 - Tensão de cisalhamento teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, a 55°C para extrato de chicória formulado com amido hidrolisado e amido modificado.

τ (dina/cm ²) - 55°C																		
$\dot{\gamma}$ (1/s)	5%			10%			15%			20%			25%			30%		
	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER
14,0	1,11			1,27			1,75			3,22			5,73	5,54	3,49	8,17	8,23	0,71
16,8	1,29			1,49			2,07			3,79			6,67	6,89	3,17	9,59	9,41	1,95
19,6	1,47			1,71			2,39			4,35			7,57	7,64	0,87	10,98	11,3	2,43
22,4	1,65			1,92			2,71			4,90			8,46	8,39	0,76	12,34	12,5	0,88
25,2	1,82			2,13			3,02			5,44			9,32	9,82	5,05	13,68	13,7	0,12
29,4	2,07			2,43			3,49			6,24			10,59	10,24	3,49	15,66	15,4	2,05
33,6	2,32			2,74			3,95			7,03			11,83	11,30	4,69	17,61	17,3	1,80
37,8	2,56			3,03			4,41			7,81			13,04	12,55	3,91	19,53	19,1	2,24
39,2	2,64			3,13			4,56			8,07			13,44	13,95	3,67	20,16	20,3	0,44
42,0	2,80			3,33			4,86			8,58			14,23	14,85	4,19	21,42	21,8	1,52
44,8	2,95			3,52			5,17			9,09			15,01	15,20	1,26	22,67	22,8	0,59
50,4	3,26			3,90			5,77			10,10			16,54	16,30	1,50	25,13	25,3	0,66
56,0	3,56			4,28			6,36			11,09			18,05	17,90	0,85	27,57	27,6	0,30
66,0	4,09	4,34	5,60	4,94	5,03	1,75	7,41	7,48	0,93	12,85	13,03	1,44	20,68			31,84		
79,2	4,77	4,71	1,30	5,80	5,88	1,41	8,79	8,86	0,77	15,11	15,13	0,13	24,05			37,36		
92,4	5,43	5,40	0,59	6,63	6,49	2,15	10,15	10,18	0,31	17,34	17,23	0,63	27,32			42,77		
106,0	6,10	5,98	1,97	7,48	7,58	1,29	11,53	11,47	0,59	19,60	19,40	1,04	30,60			48,24		
119,0	6,72	6,67	0,77	8,28	8,21	0,78	12,85	12,67	1,44	21,73	21,47	1,24	33,68			53,39		
139,0	7,66	7,50	2,14	9,49	9,38	1,12	14,85	14,77	0,59	24,96	24,93	0,12	38,30			61,19		
158,0	8,53	8,29	2,87	10,61	10,35	2,52	16,74	16,70	0,23	27,98	28,10	0,41	42,58			68,47		
178,0	9,43	9,26	1,87	11,78	11,50	2,42	18,71	18,67	0,22	31,12	31,10	0,08	46,99			76,01		
185,0	9,74	9,70	0,46	12,18	12,00	1,52	19,39	19,30	0,48	32,21	32,10	0,35	48,51			78,63		
198,0	10,32	10,30	0,18	12,93	12,80	1,01	20,66	20,73	0,35	34,23	34,37	0,41	51,32			83,45		
211,0	10,89	11,00	1,04	13,67	13,85	1,31	21,92	22,03	0,49	36,22	36,53	0,85	54,09			88,24		
238,0	12,05	12,40	2,85	15,19	15,95	4,77	24,53	24,67	0,55	40,33			59,76			98,07		
264,0	13,15	13,50	2,63	16,63			27,02	27,23	0,78	44,24			65,11			107,40		
ERM			1,87			1,84			0,60			0,61			2,84			1,21
TE – valor teórico			EX – valor experimental						ER – erro relativo			ERM – erro relativo médio						

APÊNDICE 3**Tabela 12 - Viscosidade aparente teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, a 25°C para extrato de chicória formulado com amido hidrolisado.**

η_{ap} (cP) - 25°C																		
5%			10%			15%			20%			25%			30%			
$\dot{\gamma}$ (1/s)	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER
14,0	12,88			15,92			23,81			34,41	34,00	1,20	76,31	75,60	0,93	89,91	90,60	0,76
16,8	12,76			15,70			23,58			33,30	32,33	2,99	75,22	74,00	1,65	88,62	88,50	0,13
19,6	12,66			15,53			23,38			32,39	32,57	0,53	74,32	73,30	1,39	87,54	87,85	0,36
22,4	12,57			15,37			23,21			31,63	32,73	3,38	73,54	75,35	2,40	86,61	86,25	0,42
25,2	12,50			15,24			23,07			30,96	31,77	2,52	72,87	74,00	1,53	85,81	85,30	0,59
29,4	12,40			15,07			22,88			30,12			71,99	74,00	2,71	84,76	84,25	0,61
33,6	12,32			14,92			22,71			29,41	29,00	1,40	71,24	71,75	0,71	83,87	83,75	0,14
37,8	12,25			14,79			22,57			28,79	27,70	3,94	70,59	70,00	0,84	83,08	82,65	0,53
39,2	12,22			14,75			22,53			28,60	29,30	2,37	70,39	69,60	1,13	82,84	83,10	0,31
42,0	12,18			14,68			22,44			28,25	29,07	2,80	70,01	69,20	1,17	82,39	82,60	0,25
44,8	12,14			14,61			22,37			27,93	28,23	1,08	69,65	70,85	1,69	81,97	81,95	0,02
50,4	12,07			14,48			22,22			27,34	27,00	1,27	69,01	68,00	1,49	81,21	81,80	0,73
56,0	12,01			14,37			22,10			26,83	26,30	2,02	68,45	68,10	0,51	80,53	80,55	0,03
66,0	11,91			14,20			21,91	22,00	0,43	26,05			67,57			79,48		
79,2	11,82	11,77	0,38	14,04	14,10	0,44	21,72	21,60	0,58	25,34			66,76			78,52		
92,4	11,71	11,70	0,06	13,85	13,95	0,71	21,51	21,60	0,40	24,53			65,81			77,39		
106,0	11,63	11,73	0,88	13,71	13,75	0,28	21,35	21,35	0,02	23,93			65,11			76,55		
119,0	11,56	11,63	0,61	13,60	13,55	0,34	21,22	21,20	0,11	23,44			64,52			75,84		
139,0	11,47	11,47	0,01	13,44	13,35	0,68	21,05	20,90	0,70	22,79			63,74			74,91		
158,0	11,39			13,32	13,10	1,64	20,90	20,80	0,49	22,28			63,10			74,15		
178,0	11,33	11,23	0,86	13,20	13,10	0,75	20,77	20,80	0,15	21,80			62,51			73,46		
185,0	11,30	11,23	0,67	13,16	13,25	0,67	20,73	20,90	0,83	21,65			62,33			73,23		
198,0	11,27	11,30	0,30	13,10	13,10	0,03	20,65			21,39			61,99			72,84		
211,0	11,23	11,33	0,88	13,03	13,00	0,27	20,58			21,15			61,69			72,47		
238,0	11,16			12,92	12,95	0,23	20,45			20,70			61,11			71,78		
264,0	11,10	11,13	0,26	12,82	13,00	1,37	20,33			20,32			60,61			71,19		
ERM			0,49			0,62			0,41			2,13			1,40			0,37
	TE – valor teórico			EX – valor experimental			ER – erro relativo			ERM – erro relativo médio								

Tabela 13 –Viscosidade aparente teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, a 40°C para extrato de chicória formulado com amido hidrolisado.

$\gamma(1/s)$	$\eta_{ap} \text{ (cP)} - 40^\circ\text{C}$																	
	5%			10%			15%			20%			25%			30%		
	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER
14,0	7,02			9,90			13,93			19,80			31,22	31,20	0,07	66,73	67,80	1,58
16,8	6,97			9,80			13,80			19,64			30,48	31,00	1,66	64,51	65,50	1,51
19,6	6,92			9,71			13,69			19,51			29,87	29,40	1,61	62,69	63,85	1,82
22,4	6,88			9,64			13,59			19,39			29,35	29,20	0,52	61,16	62,20	1,68
25,2	6,84			9,57			13,51			19,29			28,90	28,67	0,81	59,84	59,35	0,82
29,4	6,80			9,49			13,40			19,16			28,32	28,40	0,27	58,15	57,95	0,35
33,6	6,76			9,42			13,31			19,05			27,83	28,17	1,21	56,73	56,25	0,85
37,8	6,72			9,35			13,23			18,95			27,40	27,10	1,12	55,50	55,55	0,08
39,2	6,71			9,33			13,20			18,92			27,27	27,13	0,52	55,13	55,05	0,15
42,0	6,69			9,30			13,16			18,86			27,03	27,73	2,54	54,43	54,40	0,06
44,8	6,67			9,26			13,11			18,81			26,80	26,60	0,74	53,78	53,25	1,00
50,4	6,64			9,20			13,03			18,71			26,39	26,47	0,32	52,62	53,00	0,72
56,0	6,61			9,14			12,96			18,62			26,02	25,80	0,87	51,60	52,05	0,86
66,0	6,56	6,56	0,03	9,06	9,10	0,46	12,85	13,37	3,84	18,49	18,57	0,43	25,47			50,05		
79,2	6,51	6,53	0,36	8,96	9,05	0,95	12,73	12,87	1,05	18,34	18,33	0,06	24,86			48,39		
92,4	6,47	6,50	0,47	8,89	8,86	0,32	12,63	12,67	0,28	18,22	18,10	0,64	24,37			47,03		
106,0	6,43	6,39	0,64	8,82	8,62	2,23	12,54	12,47	0,60	18,11	18,03	0,42	23,93			45,85		
119,0	6,40	6,40	0,07	8,76	8,71	0,54	12,47	12,17	2,46	18,01	18,10	0,48	23,57			44,87		
139,0	6,35	6,37	0,28	8,68	8,52	1,87	12,37	12,23	1,09	17,89	18,00	0,61	23,09			43,60		
158,0	6,32	6,25	1,07	8,62	8,52	1,08	12,28	12,17	0,97	17,79	17,80	0,06	22,71			42,58		
178,0	6,28	6,28	0,06	8,56	8,48	0,87	12,21	12,10	0,90	17,70	17,63	0,38	22,35			41,64		
185,0	6,27	6,24	0,59	8,54	8,47	0,80	12,18	12,20	0,13	17,67	17,57	0,55	22,24			41,35		
198,0	6,25	6,30	0,72	8,50	8,50	0,06	12,14	12,17	0,20	17,61	17,57	0,25	22,04			40,83		
211,0	6,24	6,26	0,36	8,47	8,54	0,81	12,10	12,10	0,02	17,56	17,70	0,77	21,86			40,35		
238,0	6,20	6,22	0,24	8,42	8,52	1,27	12,03	12,07	0,33	17,47			21,52			39,46		
264,0	6,18	6,28	1,59	8,37	8,49	1,43	11,96	12,03	0,59	17,39			21,23			38,71		
ERM			0,50			0,98			1,05			0,44			0,94			0,88
	TE – valor teórico			EX – valor experimental						ER – erro relativo						ERM – erro relativo médio		

Tabela 14 –Viscosidade aparente teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, a 55°C para extrato de chicória formulado com amido hidrolisado.

η_{ap} (cP) - 55°C																		
$\gamma(1/s)$	5%			10%			15%			20%			25%			30%		
	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER
14,0	5,19			7,40			9,21			11,18			23,47	22,80	2,92	35,59	35,60	0,02
16,8	5,11			7,28			9,13			11,06			22,54	23,00	2,01	34,59	34,00	1,74
19,6	5,04			7,18			9,07			10,95			21,78	21,45	1,56	33,77	34,00	0,68
22,4	4,98			7,10			9,01			10,86			21,15	21,35	0,93	33,07	32,70	1,13
25,2	4,93			7,03			8,97			10,79			20,61	21,00	1,87	32,47	32,90	1,32
29,4	4,87			6,93			8,90			10,68			19,92	20,00	0,42	31,69	32,17	1,48
33,6	4,81			6,85			8,85			10,60			19,34	19,75	2,09	31,04	31,50	1,46
37,8	4,76			6,78			8,80			10,52			18,84	18,90	0,31	30,47	30,67	0,65
39,2	4,75			6,76			8,79			10,50			18,69	18,65	0,21	30,30	30,70	1,31
42,0	4,72			6,72			8,76			10,45			18,41	18,20	1,14	29,97	29,33	2,20
44,8	4,70			6,68			8,74			10,41			18,15	18,00	0,81	29,67	29,10	1,97
50,4	4,65			6,61			8,69			10,34			17,68	17,50	1,03	29,13	29,00	0,45
56,0	4,61			6,55			8,65			10,27			17,27	17,25	0,14	28,66	28,80	0,50
66,0	4,54			6,45	6,48	0,43	8,58	8,11	5,84	10,17	10,30	1,30	16,66			27,93		
79,2	4,47	4,50	0,61	6,35	6,43	1,31	8,51	8,18	4,08	10,05	10,07	0,17	16,00			27,14		
92,4	4,41	4,44	0,66	6,26	6,23	0,58	8,45			9,96	9,99	0,31	15,46			26,50		
106,0	4,36	4,34	0,60	6,19	6,19	0,01	8,40	8,12	3,47	9,88	9,85	0,25	15,00			25,93		
119,0	4,32	4,28	0,93	6,12	6,03	1,51	8,36			9,81	9,72	0,88	14,62			25,47		
139,0	4,26	4,21	1,26	6,04	5,95	1,52	8,30			9,71	9,61	1,06	14,13			24,86		
158,0	4,22	4,28	1,48	5,97	5,97	0,04	8,25			9,64	9,53	1,11	13,73			24,36		
178,0	4,17	4,20	0,54	5,91	5,92	0,11	8,21	8,10	1,32	9,57	9,56	0,06	13,38			23,91		
185,0	4,16	4,16	0,08	5,89	5,89	0,06	8,19	8,19	0,03	9,54	9,52	0,24	13,26			23,77		
198,0	4,14	4,08	1,37	5,85	5,91	1,00	8,17	8,13	0,46	9,50	9,55	0,49	13,07			23,52		
211,0	4,11	4,13	0,32	5,82	5,85	0,49	8,14	8,42	3,28	9,47	9,47	0,04	12,88			23,29		
238,0	4,07	4,08	0,13	5,76			8,10	8,47	4,43	9,40	9,47	0,78	12,55			22,85		
264,0	4,04	4,05	0,44	5,71			8,06	8,64	6,70	9,34	9,43	0,99	12,26			22,48		
ERM			0,70			0,64			3,29			0,54			1,19			1,15
	TE – valor teórico			EX – valor experimental			ER – erro relativo			ERM – erro relativo médio								

Tabela 15 - Viscosidade aparente teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, a 25°C para extrato de chicória formulado com amido modificado.

η_{ap} (cP) - 25°C																		
5%			10%			15%			20%			25%			30%			
$\gamma(1/s)$	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER
14,0	12,90			15,04			18,46			29,37	29,60	0,78	40,91	40,80	0,27	62,77	62,40	0,60
16,8	12,76			14,90			18,32			28,74	28,00	2,63	39,74	39,50	0,62	61,84	62,50	1,06
19,6	12,64			14,79			18,21			28,21	27,97	0,88	38,79	39,00	0,55	61,05	60,40	1,08
22,4	12,54			14,69			18,11			27,77	27,97	0,71	37,98	37,85	0,33	60,38	60,75	0,60
25,2	12,46			14,60			18,02			27,38	27,53	0,55	37,27	37,70	1,13	59,80	59,35	0,76
29,4	12,34			14,49			17,90			26,88	27,07	0,68	36,38	36,00	1,04	59,04		
33,6	12,24			14,39			17,80			26,46	26,67	0,78	35,61	35,50	0,32	58,40		
37,8	12,16			14,31			17,72			26,09	26,20	0,42	34,96	35,10	0,41	57,83		
39,2	12,13			14,28			17,69			25,98	26,13	0,60	34,76	34,90	0,41	57,66	58,50	1,44
42,0	12,08			14,23			17,64			25,76	26,40	2,41	34,38	34,60	0,64	57,33		
44,8	12,03			14,19			17,59			25,57	25,87	1,16	34,03	34,50	1,37	57,02	57,95	1,60
50,4	11,95			14,10			17,51			25,21	24,57	2,62	33,40	33,00	1,21	56,47	55,85	1,11
56,0	11,87			14,03			17,43			24,89	24,40	2,03	32,85	32,55	0,92	55,98	55,35	1,14
66,0	11,76	11,87	0,92	13,91	14,03	0,85	17,31	17,45	0,79	24,41			32,00			55,23		
79,2	11,63	11,63	0,03	13,79	13,80	0,09	17,18	17,15	0,19	23,89			31,09			54,40		
92,4	11,52	11,50	0,20	13,68			17,07	17,00	0,43	23,45			30,34			53,71		
106,0	11,43	11,43	0,04	13,59	13,60	0,09	16,98		1,04	23,07			29,69			53,11		
119,0	11,35	11,27	0,74	13,51	13,40	0,82	16,89	16,80	1,47	22,76			29,15			52,60		
139,0	11,24	11,17	0,70	13,40	13,30	0,79	16,79		1,12	22,34			28,45			51,93		
158,0	11,16	11,13	0,23	13,32	13,23	0,65	16,70	16,65	0,58	22,00			27,87			51,39		
178,0	11,08	11,00	0,72	13,24	13,17	0,55	16,61	16,60	0,08	21,69			27,35			50,88		
185,0	11,05	11,07	0,11	13,21	13,20	0,11	16,59	16,60	0,23	21,59			27,19			50,72		
198,0	11,01	11,00	0,08	13,17	13,17	0,02	16,54	16,60		21,42			26,90			50,44		
211,0	10,97	11,03	0,60	13,13	13,23	0,80	16,50	16,55		21,25			26,63			50,17		
238,0	10,89	10,97	0,71	13,05	13,10	0,40	16,41			20,95			26,12			49,68		
264,0	10,82	10,83	0,11	12,98	13,03	0,40	16,34			20,69			25,70			49,25		
ERM			0,40			0,46			0,66			1,25			0,71			1,04

TE – valor teórico

EX – valor experimental

ER – erro relativo

ERM – erro relativo médio

Tabela 16 - Viscosidade aparente teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, a 40°C para extrato de chicória formulado com amido modificado.

η_{ap} (cP) - 40°C																		
5%			10%			15%			20%			25%			30%			
$\gamma(1/s)$	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER
14,0	11,53			13,81			15,52			19,99			28,04	27,60	1,61	47,25	46,20	2,27
16,8	11,34			13,70			15,41			19,87			27,68	27,50	0,66	45,83	45,50	0,73
19,6	11,18			13,62			15,32			19,77			27,38	27,85	1,68	44,67	46,30	3,52
22,4	11,04			13,54			15,24			19,68			27,12	27,35	0,83	43,68	43,85	0,38
25,2	10,92			13,48			15,17			19,60			26,90			42,83	43,00	0,39
29,4	10,76			13,39			15,09			19,50			26,60	26,85	0,92	41,74	42,25	1,20
33,6	10,63			13,32			15,01			19,42			26,35			40,82	40,50	0,80
37,8	10,52			13,26			14,94			19,34			26,13	26,25	0,45	40,03	39,75	0,70
39,2	10,48			13,24			14,92			19,32			26,06	26,15	0,33	39,79	39,65	0,34
42,0	10,41			13,20			14,88			19,27			25,94	25,80	0,53	39,33	39,60	0,68
44,8	10,35			13,17			14,84			19,23			25,82	25,45	1,45	38,91	38,05	2,25
50,4	10,24			13,10			14,78			19,16			25,60	25,65	0,18	38,15	37,85	0,79
56,0	10,14			13,05			14,72			19,09			25,41	25,35	0,24	37,48	38,10	1,61
66,0	9,98			12,96			14,63	14,65	0,15	18,99	18,93	0,30	25,12			36,47		
79,2	9,82	9,88	0,68	12,87	12,90	0,27	14,53	14,55	0,16	18,87	18,97	0,52	24,79			35,38		
92,4	9,68	9,67	0,10	12,78	12,73	0,41	14,44	14,40	0,29	18,78	18,73	0,23	24,52			34,48		
106,0	9,55	9,57	0,17	12,71	12,80	0,67	14,37	14,30	0,46	18,69	18,80	0,58	24,28			33,70		
119,0	9,45	9,26	2,10	12,65	12,63	0,16	14,30	14,40	0,68	18,62	18,50	0,64	24,09			33,05		
139,0	9,32			12,57	12,53	0,33	14,22	14,25	0,22	18,52	18,53	0,04	23,82			32,20		
158,0	9,21			12,51			14,15	14,05	0,70	18,44	18,40	0,24	23,60			31,52		
178,0	9,10	9,01	1,01	12,45			14,08	14,10	0,11	18,37	18,40	0,16	23,41			30,90		
185,0	9,07	9,03	0,46	12,43	12,33	0,77	14,06	14,05	0,10	18,35	18,37	0,12	23,34			30,70		
198,0	9,01	8,99	0,23	12,39	12,40	0,04	14,03	14,05	0,16	18,31			23,23			30,36		
211,0	8,96	8,98	0,25	12,36	12,40	0,30	13,99	14,05	0,40	18,27			23,12			30,04		
238,0	8,86	8,90	0,40	12,30	12,33	0,25	13,93	13,95	0,14	18,20			22,93			29,44		
264,0	8,78	8,85	0,79	12,25	12,27	0,13	13,87	13,85	0,18	18,13			22,76			28,93		
ERM			0,62			0,33			0,29			0,32			0,81			1,21

TE – valor teórico

EX – valor experimental

ER – erro relativo

ERM – erro relativo médio

Tabela 17 - Viscosidade aparente teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, a 55°C para extrato de chicória formulado com amido modificado.

η_{ap} (cP) - 55°C																		
5%			10%			15%			20%			25%			30%			
$\gamma(1/s)$	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER
14,0	6,51			8,26			10,76			19,24			28,72	29,40	2,30	39,89	41,40	3,64
16,8	6,45			8,17			10,67			19,11			27,96			38,82	38,00	2,16
19,6	6,41			8,10			10,59			18,99			27,33	26,55	2,95	37,93	37,70	0,62
22,4	6,36			8,04			10,52			18,89			26,80	26,20	2,29	37,18		
25,2	6,33			7,99			10,46			18,80			26,34	27,00	2,45	36,53		
29,4	6,28			7,92			10,38			18,69			25,75	26,25	1,91	35,70		
33,6	6,24			7,87			10,31			18,59			25,25	25,00	0,98	34,99	34,00	2,92
37,8	6,21			7,82			10,25			18,50			24,81	24,70	0,45	34,38	34,20	0,53
39,2	6,20			7,80			10,23			18,48			24,68	24,60	0,32	34,20	33,85	1,02
42,0	6,17			7,77			10,19			18,43			24,43	24,20	0,95	33,84	34,00	0,46
44,8	6,16			7,74			10,16			18,38			24,20	23,80	1,67	33,52	33,40	0,36
50,4	6,12			7,69			10,10			18,29			23,78	24,00	0,91	32,93	33,35	1,25
56,0	6,09			7,65			10,05			18,22			23,41	23,85	1,83	32,42	33,15	2,21
66,0	6,04	6,06	0,30	7,58	7,60	0,28	9,97	9,52	4,72	18,10	18,17	0,37	22,85			31,63		
79,2	5,99	6,03	0,74	7,50	7,57	0,84	9,88	9,50	4,00	17,97	17,93	0,20	22,25			30,78		
92,4	5,94			7,44	7,43	0,18	9,81	9,55	2,67	17,86	17,87	0,04	21,75			30,08		
106,0	5,91	5,86	0,71	7,38	7,34	0,64	9,74	9,52	2,30	17,76	17,77	0,02	21,31			29,46		
119,0	5,87	5,83	0,67	7,34	7,32	0,18	9,68	9,43	2,69	17,68	17,63	0,27	20,95			28,96		
139,0	5,83	5,81	0,32	7,27	7,28	0,03	9,61	9,36	2,66	17,57	17,50	0,42	20,48			28,29		
158,0	5,79	5,75	0,80	7,22	7,17	0,79	9,55	9,34	2,24	17,48	17,50	0,09	20,10			27,76		
178,0	5,76	5,75	0,11	7,18	7,11	0,93	9,49	9,29	2,18	17,40	17,37	0,20	19,75			27,26		
185,0	5,75	5,82	1,22	7,16	7,13	0,38	9,47	9,31	1,77	17,37	17,40	0,14	19,63			27,11		
198,0	5,73	5,75	0,41	7,13	7,16	0,36	9,44	9,25	2,09	17,33	17,40	0,41	19,44			26,83		
211,0	5,71	5,70	0,22	7,11	7,13	0,34	9,41	9,25	1,77	17,28			19,26			26,58		
238,0	5,68	5,68	0,01	7,06	7,14	1,05	9,36	9,23	1,38	17,20			18,92			26,10		
264,0	5,65	5,66	0,10	7,02			9,31	9,14	1,86	17,13			18,63			25,70		
ERM			0,47			0,50			2,49			0,22			1,58			1,52

TE – valor teórico

EX – valor experimental

ER – erro relativo

ERM – erro relativo médio

Tabela 18 - Viscosidade aparente teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, a 25°C para extrato de chicória formulado com amido hidrolisado e amido modificado.

η_{ap} (cP) - 25°C																				
5%			10%			15%			20%			25%			30%					
$\gamma(1/s)$	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER		
14,0	12,21			15,07			25,59	24,60	4,04	47,47	44,40	6,90	52,17	51,00	2,30	81,24	78,60	3,36		
16,8	11,87			14,97			25,14	24,50	2,59	46,56	46,50	0,14	50,88	51,50	1,20	79,99	80,50	0,64		
19,6	11,59			14,89			24,75	24,90	0,59	45,82	46,30	1,04	49,82	50,10	0,56	78,94	79,25	0,39		
22,4	11,36			14,82			24,43	24,35	0,31	45,18	44,60	1,30	48,92	49,45	1,08	78,05	79,50	1,83		
25,2	11,15			14,75			24,14	26,00	7,14	44,62	44,00	1,41	48,13	48,30	0,35	77,27	77,95	0,88		
29,4	10,89			14,67			23,78	24,00	0,94	43,91	44,00	0,22	47,12	47,70	1,21	76,26	77,70	1,86		
33,6	10,67			14,60			23,46	23,50	0,16	43,29	42,25	2,47	46,27	46,25	0,04	75,39	75,25	0,19		
37,8	10,47			14,53			23,19	23,55	1,53	42,76	42,70	0,14	45,53	44,90	1,40	74,64	74,65	0,01		
39,2	10,41			14,51			23,11	23,35	1,05	42,60	42,80	0,47	45,30	45,20	0,22	74,41	74,35	0,08		
42,0	10,30			14,48			22,95	23,80	3,58	42,29	41,60	1,66	44,87	44,80	0,16	73,97	74,60	0,84		
44,8	10,20			14,44			22,80	23,05	1,08	42,00	42,00	0,01	44,48	43,90	1,32	73,57	73,10	0,64		
50,4	10,02			14,38			22,53	21,30	5,80	41,49	42,00	1,22	43,76	43,80	0,08	72,83	71,50	1,86		
56,0	9,86			14,32			22,30	21,45	3,96	41,03	41,70	1,61	43,14	43,50	0,84	72,18	71,85	0,46		
66,0	9,61	9,68	0,74	14,24	14,35	0,78	21,94			40,33			42,17			71,17				
79,2	9,34	9,43	0,89	14,14	14,15	0,05	21,54			39,56			41,13			70,08				
92,4	9,12	9,23	1,23	14,06	14,25	1,32	21,22			38,93			40,27			69,16				
106,0	8,93	9,11	1,98	13,99	14,10	0,77	20,93			38,37			39,52			68,36				
119,0	8,77	8,64	1,46	13,93	14,05	0,84	20,69			37,91			38,90			67,68				
139,0	8,56	8,32	2,86	13,85	13,50	2,61	20,37			37,29			38,08			66,79				
158,0	8,40	8,29	1,33	13,79	13,45	2,51	20,12			36,79			37,41			66,07				
178,0	8,24	8,12	1,50	13,73	13,35	2,83	19,88			36,33			36,81			65,40				
185,0	8,19	8,00	2,41	13,71	13,50	1,54	19,80			36,19			36,61			65,18				
198,0	8,11	8,06	0,59	13,67	13,70	0,19	19,67			35,93			36,27			64,81				
211,0	8,03	8,14	1,31	13,64	13,90	1,86	19,55			35,69			35,96			64,46				
238,0	7,88	7,95	0,94	13,58	13,85	1,94	19,31			35,24			35,37			63,80				
264,0	7,75	8,00	3,07	13,53	13,75	1,60	19,11			34,86			34,87			63,24				
ERM			1,56			1,45			2,52			1,43			0,83			1,00		
TE – valor teórico			EX – valor experimental			ER – erro relativo			ERM – erro relativo médio											

Tabela 19 - Viscosidade aparente teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, a 40°C para extrato de chicória formulado com amido hidrolisado e amido modificado.

η_{ap} (cP) - 40°C																		
5%			10%			15%			20%			25%			30%			
$\gamma(1/s)$	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER
14,0	13,55			15,21			21,04			25,19			40,58	39,60	2,47	58,90	57,00	3,33
16,8	12,94			14,77			20,80			24,86			40,01	40,50	1,21	57,45	58,00	0,94
19,6	12,44			14,41			20,60			24,59			39,54	39,00	1,37	56,26	57,40	1,98
22,4	12,03			14,10			20,43			24,35			39,13	39,35	0,56	55,25	57,00	3,07
25,2	11,68			13,83			20,28			24,15			38,78	39,00	0,58	54,37	54,00	0,69
29,4	11,23			13,49			20,09			23,88			38,32	38,55	0,61	53,24	53,70	0,85
33,6	10,86			13,21			19,92			23,65			37,92	37,25	1,80	52,29	51,00	2,52
37,8	10,54			12,96			19,77			23,45			37,58	36,65	2,53	51,45	50,85	1,19
39,2	10,45			12,88			19,73			23,39			37,47	36,40	2,95	51,20	51,20	0,00
42,0	10,27			12,74			19,64			23,28			37,27	37,00	0,74	50,72	51,00	0,54
44,8	10,10			12,61			19,56			23,17			37,09	37,10	0,03	50,28	50,80	1,03
50,4	9,80			12,37			19,42			22,97			36,75	36,80	0,13	49,48	48,85	1,29
56,0	9,55			12,16			19,29			22,80			36,45	36,60	0,40	48,78	49,05	0,56
66,0	9,16	9,48	3,39	11,84	11,93	0,77	19,09	19,00	0,49	22,53	22,75	0,95	35,99			47,70		
79,2	8,75	8,90	1,73	11,50	11,63	1,16	18,88	18,70	0,95	22,24	22,05	0,86	35,49			46,53		
92,4	8,41	8,47	0,68	11,22	11,30	0,75	18,70	18,80	0,56	21,99	21,95	0,20	35,07			45,56		
106,0	8,13	8,07	0,65	10,97	10,87	0,94	18,53	18,80	1,41	21,78	21,55	1,06	34,70			44,72		
119,0	7,89	7,70	2,54	10,77	10,80	0,31	18,40	18,50	0,54	21,60	21,45	0,69	34,39			44,02		
139,0	7,59	7,27	4,33	10,50	10,40	0,96	18,22	18,15	0,40	21,36	21,45	0,43	33,98			43,10		
158,0	7,35	7,23	1,57	10,28	10,13	1,49	18,08	17,95	0,71	21,16			33,65			42,36		
178,0	7,13	7,00	1,89	10,09	9,88	2,07	17,94	18,05	0,60	20,98			33,34			41,68		
185,0	7,06	6,99	1,05	10,03	9,84	1,89	17,90	18,00	0,56	20,92			33,24			41,46		
198,0	6,94	6,79	2,16	9,92	9,93	0,17	17,82	17,85	0,15	20,82			33,06			41,08		
211,0	6,83	6,84	0,16	9,82	9,80	0,19	17,75	17,55	1,15	20,73			32,90			40,72		
238,0	6,62	6,78	2,24	9,63	9,75	1,31	17,62			20,55			32,60			40,06		
264,0	6,45	6,84	5,60	9,47	9,75	2,88	17,50			20,40			32,34			39,50		
ERM			2,15			1,15			0,68			0,70			1,18			1,38

TE – valor teórico

EX – valor experimental

ER – erro relativo

ERM – erro relativo médio

Tabela 20 - Viscosidade aparente teórica e experimental, erro relativo e erro relativo médio, a 55°C para extrato de chicória formulado com amido hidrolisado e amido modificado.

η_{ap} (cP) - 55°C																		
5%			10%			15%			20%			25%			30%			
$\gamma(1/s)$	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER	TE	EX	ER
14,0	7,97			9,12			12,51			23,09			40,99	39,60	3,51	58,35	58,80	0,76
16,8	7,74			8,91			12,36			22,63			39,71	41,00	3,14	57,06	56,00	1,90
19,6	7,55			8,74			12,23			22,25			38,66	38,95	0,74	55,99	57,40	2,45
22,4	7,39			8,59			12,12			21,93			37,78	37,50	0,74	55,08	55,50	0,75
25,2	7,25			8,46			12,02			21,65			37,01	39,00	5,10	54,30	54,35	0,10
29,4	7,08			8,30			11,89			21,29			36,03	34,85	3,40	53,28	52,25	1,97
33,6	6,93			8,16			11,78			20,98			35,21	33,75	4,32	52,41	51,50	1,77
37,8	6,80			8,04			11,69			20,71			34,49	33,10	4,21	51,66	50,70	1,90
39,2	6,76			8,00			11,66			20,63			34,28	35,55	3,58	51,43	51,65	0,42
42,0	6,68			7,93			11,60			20,47			33,87	35,40	4,32	51,00	51,80	1,55
44,8	6,61			7,87			11,55			20,33			33,49	33,90	1,20	50,60	51,00	0,79
50,4	6,49			7,75			11,46			20,07			32,81	32,30	1,59	49,87	50,15	0,55
56,0	6,38			7,65			11,38			19,84			32,22	31,95	0,84	49,23	49,35	0,24
66,0	6,22	6,57	5,40	7,49	7,62	1,67	11,25	11,33	0,74	19,48	19,73	1,26	31,31			48,25		
79,2	6,04	5,95	1,51	7,32	7,42	1,41	11,11	11,17	0,52	19,10	19,10	0,01	30,34			47,18		
92,4	5,89	5,85	0,67	7,18	7,03	2,14	10,99	11,00	0,07	18,78	18,67	0,60	29,53			46,30		
106,0	5,76	5,66	1,69	7,06	7,18	1,71	10,89	10,87	0,20	18,50	18,37	0,72	28,84			45,53		
119,0	5,66	5,62	0,62	6,95	6,92	0,57	10,80	10,67	1,27	18,27	18,10	0,92	28,26			44,89		
139,0	5,52	5,42	1,86	6,82	6,77	0,73	10,69	10,67	0,20	17,96	17,97	0,05	27,51			44,04		
158,0	5,40	5,24	3,23	6,71	6,51	3,07	10,59	10,53	0,58	17,71	17,70	0,04	26,91			43,35		
178,0	5,30	5,20	1,95	6,61	6,46	2,39	10,51	10,47	0,39	17,48	17,47	0,07	26,36			42,72		
185,0	5,27	5,24	0,46	6,58	6,49	1,34	10,48	10,43	0,51	17,40	17,37	0,22	26,18			42,52		
198,0	5,21	5,20	0,23	6,52	6,46	0,94	10,43	10,43	0,02	17,28	17,37	0,52	25,87			42,17		
211,0	5,16	5,19	0,60	6,47	6,55	1,24	10,39	10,40	0,14	17,16	17,27	0,64	25,59			41,84		
238,0	5,06	5,21	2,87	6,37	6,70	4,91	10,30	10,37	0,64	16,93			25,06			41,23		
264,0	4,98	5,11	2,70	6,29			10,23	10,31	0,80	16,74			24,61			40,71		
ERM			1,83			1,84			0,47			0,46			2,82			1,17

TE – valor teórico

EX – valor experimental

ER – erro relativo

ERM – erro relativo médio

APÊNDICE 4

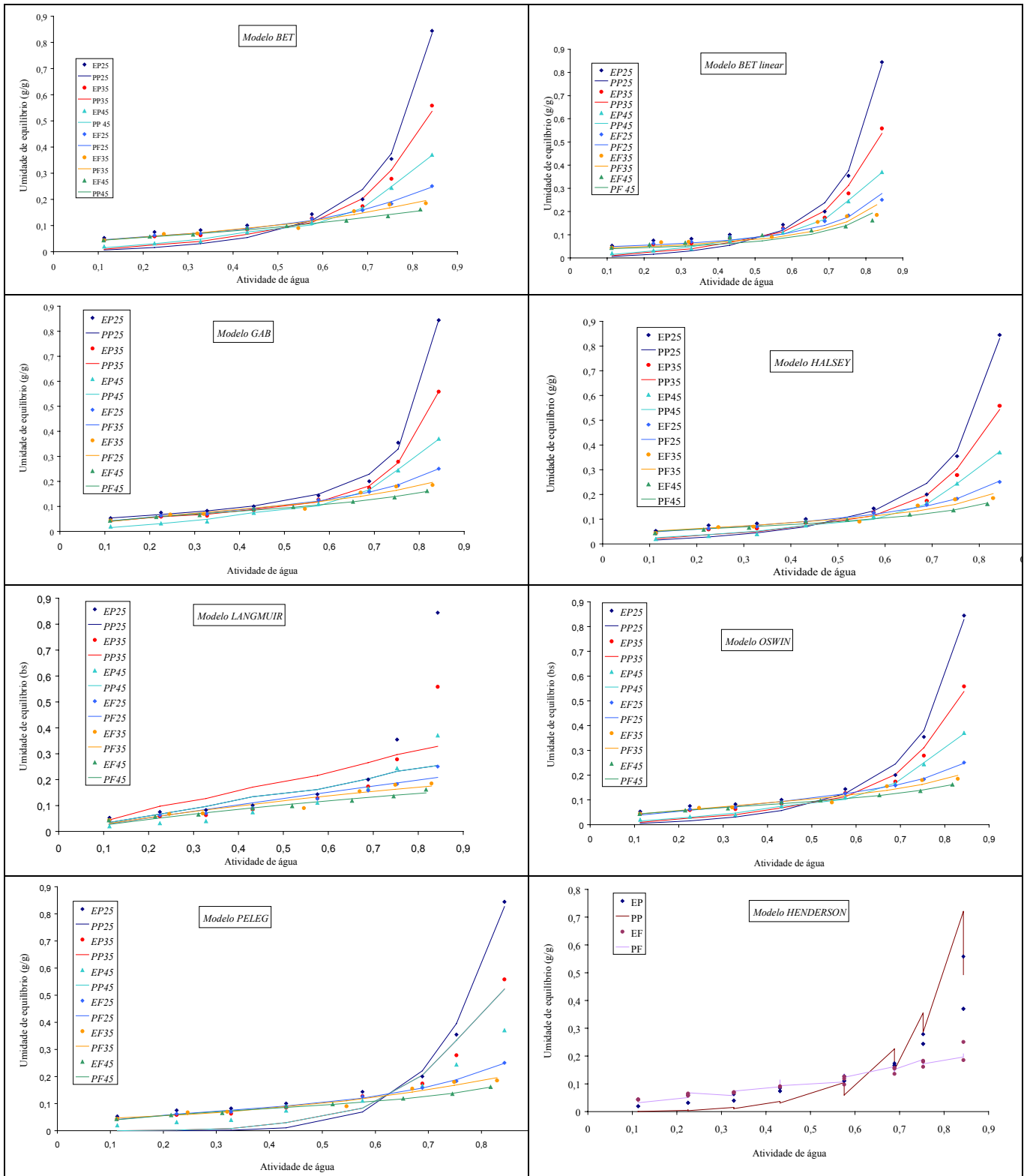


Figura 1 – Isotermas de sorção para extrato de inulina de chicória puro e formulado ajustadas aos vários modelos, nas temperaturas de 25°C, 35°C e 45°C.