



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E ENGENHARIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE
ALIMENTOS**

MAGNO FONSECA SANTOS

**OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE CONCENTRAÇÃO DE EXTRATOS DE
MALTE PARA FABRICAÇÃO DE REFRIGERANTE**

**ALEGRE - ES
OUTUBRO - 2020**

MAGNO FONSECA SANTOS

**OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE CONCENTRAÇÃO DE EXTRATOS DE
MALTE PARA FABRICAÇÃO DE REFRIGERANTE**

Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos do Centro de Ciências Agrárias e Engenharias da Universidade Federal do Espírito Santo, como parte das exigências para obtenção do Título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Orientador: Prof. Dr. Luciano Jose Quintão Teixeira
Coorientador: Prof. Dr. Antonio Manoel Maradini Filho
Coorientador: Prof. Dr. Sergio Henriques Saraiva

ALEGRE - ES
OUTUBRO – 2020

Ficha catalográfica disponibilizada pelo Sistema Integrado de Bibliotecas - SIBI/UFES e elaborada pelo autor

F676o Fonseca Santos, Magno, 1994-
Otimização do processo de concentração de extratos de malte para fabricação de refrigerante / Magno Fonseca Santos. - 2020. 132 f. : il.

Orientador: Luciano José Quintão Teixeira.

Coorientadores: Sérgio Henriques Saraiva, Antonio Manoel Maradini Filho.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal do Espírito Santo, Centro de Ciências Agrárias e Engenharias.

1. Concentração por congelamento. 2. Função desejabilidade. 3. Metodologia de superfície de resposta. 4. Técnicas de concentração. 5. Extrato de malte. 6. Bebida gaseificada. I. Quintão Teixeira, Luciano José. II. Henriques Saraiva, Sérgio. III. Maradini Filho, Antonio Manoel. IV. Universidade Federal do Espírito Santo. Centro de Ciências Agrárias e Engenharias. V. Título.

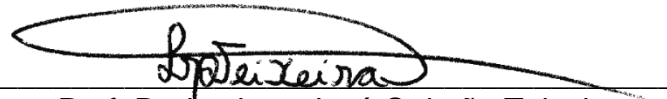
CDU: 664

MAGNO FONSECA SANTOS

**“OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE CONCENTRAÇÃO DE EXTRATOS DE
MALTE PARA FABRICAÇÃO DE REFRIGERANTE”**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal do Espírito Santo, como parte das exigências para obtenção do Título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Aprovada em 23 de outubro de 2020.



Prof. Dr. Luciano José Quintão Teixeira
Universidade Federal do Espírito Santo
Orientador



Prof. Dr. Sérgio Henriques Saraiva
Universidade Federal do Espírito Santo
Coorientador



Prof. Dr. Antonio Manoel Maradini Filho
Universidade Federal do Espírito Santo
Examinador

AGRADECIMENTOS

A Deus, por ter me concedido saúde, discernimento, proteção e força para vencer todos os obstáculos e ter me permitido concluir mais esta etapa.

Aos meus pais, Luzia e Osmar, pelas orações constantes, apoio e incentivo, sem medir esforços para a minha educação.

Aos meus irmãos, Maycon e Angelica, pela amizade, companheirismo e por acreditarem em mim acima de qualquer outro.

A minha sobrinha, Kessyla, que sempre me acolheu de braços abertos e com muito carinho.

A minha namorada, Sol, pelo amor, compreensão, atenção, auxílio e cumplicidade.

Aos meus orientadores, Luciano, Maradini e Sergio, por todo conhecimento, disponibilidade, incentivo e por acreditar em meu trabalho.

Aos técnicos dos laboratórios, Raphael, Maurício e Letícia, pela colaboração e disponibilidade em cada análise executada.

Ao meu grupo de pesquisa, Lucas e Júlia, por todo suporte.

A minha turma do mestrado, Anamares, Barbara, Emanuely, Ionara e Laudiane, pela amizade e apoio nesta caminhada.

A todos que de forma direta e indireta me ajudaram a finalizar esta etapa.

BIOGRAFIA

Magno Fonseca Santos, filho de Osmar Rodrigues dos Santos e Luzia de Jesus Fonseca Santos, nasceu em Colatina, Espírito Santo, em 31 de janeiro de 1994.

Em fevereiro de 2009, ingressou no Curso Técnico em Administração no Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Espírito Santo, *campus* Colatina, colando grau em setembro de 2012. Em março de 2013, ingressou no Curso de Engenharia Química na Universidade Federal do Espírito Santo, *campus* São Mateus, colando grau em julho de 2018. Em agosto do mesmo ano iniciou o curso de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, nível mestrado na Universidade Federal do Espírito Santo, *campus* Alegre.

Em outubro de 2020, submeteu-se à defesa da dissertação.

LISTA DE FIGURAS

ARTIGO DE REVISÃO

Tecnologias emergentes empregadas na concentração, separação de compostos de outras aplicações em alimentos líquidos

Figura 1. Diagrama esquemático da unidade experimental de microfiltração de fibra oca. 1: tanque de alimentação; 2: tubo de sucção; 3: bomba de reforço; 4: tubo de derivação; 5: módulo de membrana; 6: rotâmetro; 7: linha do tubo de fluxo de saída do rotâmetro; 8: linha do permeado. 11

Figura 2. Diagrama esquemático do sistema de ultrafiltração laboratorial. 1: banho d'água; 2: tanque de alimentação; 3: bomba; 4: medidor de vazão; 5: modulo de membrana; 6: permeado; 7: amostra; 8: fluxo do retido; 9: fluxo do permeado. 16

Figura 3. Diagrama esquemático do sistema de separação por membranas de nanofiltração. 1: fermentador; 2: bomba de recirculação; 3: unidade de membrana; 4: balança; 5: computador; 6: permeado; 7: concentrado de volta ao fermentador. 20

Figura 4. Diagrama esquemático do sistema de osmose reversa laboratorial. 1: tanque de alimentação; 2: reservatório de resfriamento; 3: torneira de descarga; 4: bomba de alimentação; 5: módulo de membrana; 6: medidor de vazão digital; 7: painel de controle; 8: tanque de permeado; 9: balança digital. 24

Figura 5. Representação esquemática da unidade de osmose direta em escala de bancada. 1: agitador magnético; 2: recipiente da solução de alimentação; 3: banho termostático; 4: bomba peristáltica; 5: módulo de membrana; 6: balança; 7: recipiente da solução de extração; 8: medidor de condutividade. 28

Figura 6. Instalação experimental para a crioconcentração em bloco. 1: recipiente cilíndrico para a amostra; 2: camisa interna; 3: banhos circulados; 4: dutos e válvulas; 5: vaso coletor; 6: balança; 7: sensor de temperatura. 32

ARTIGOS ORIGINAIS

Otimização do processo de crioconcentração centrífuga em múltiplos estágios aplicado a extratos de malte

Figura 1. Protocolo experimental usando dois ciclos de crioconcentração e um gelo recirculado. 51

Figura 2. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado da temperatura de congelamento e do tempo de centrifugação na concentração de sólidos para: (A) EMP-1; (B) EMP-R1; (C) EMT-1..... 56

Figura 3. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado da temperatura de congelamento e do tempo de centrifugação na porcentagem de concentrado para: (A) EMP-1; (B) EMP-2; (C) EMP-R1; (D) EMT-2..... 60

Figura 4. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado da temperatura de congelamento e do tempo de centrifugação na desejabilidade global para: (A) EMP-1; (B) EMP-2; (C) EMP-R1. 64

Figura 5. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado da temperatura de congelamento e do tempo de centrifugação na desejabilidade global para: (A) EMT-1; (B) EMT-2; (C) EMT-R1..... 67

Figura 6. Evolução da concentração de sólidos, eficiência de concentração e porcentagem de concentrado em função dos ciclos de crioconcentração para o extrato de malte pilsen. 69

Figura 7. Evolução da concentração de sólidos, eficiência de concentração e porcentagem de concentrado em função dos ciclos de crioconcentração para o extrato de malte torrado. 71

Otimização dos parâmetros de fabricação de refrigerante de malte com base em aspectos físico-químicos e atributos sensoriais

Figura 1. Protocolo experimental de produção dos refrigerantes. 81

Figura 2. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar na acidez titulável em que: (A) A = 0; (B) EMT = 0; (C) EMP = 0.....	88
Figura 3. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar no pH em que: (A) A = 0; (B) EMT = 0; (C) EMP = 0.	90
Figura 4. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar no açúcar redutor em que: (A) A = 0; (B) EMT = 0; (C) EMP = 0.	92
Figura 5. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar no açúcar total em que: (A) A = 0; (B) EMT = 0; (C) EMP = 0.....	93
Figura 6. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte torrado e açúcar no eixo de tonalidade vermelho-verde da cor (a*).	94
Figura 7. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar no eixo de luminosidade da cor (L*) em que: (A) A = 0; (B) EMT = 0; (C) EMP = 0.	95
Figura 8. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte torrado e açúcar no atributo sensorial cor.	98
Figura 9. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar no atributo sensorial gaseificação em que: (A) A = 0; (B) EMT = 0; (C) EMP = 0.	100
Figura 10. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar no atributo sensorial sabor em que: (A) A = 0; (B) EMT = 0; (C) EMP = 0.	102

Figura 11. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar no atributo sensorial impressão global em que: (A) A = 0; (B) EMT = 0; (C) EMP = 0.	104
Figura 12. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar na intenção de compra em que: (A) A = 0; (B) EMT = 0; (C) EMP = 0.	106
Figura 13. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar na desejabilidade global em que: (A) A = 1,0763; (B) EMT = -0,6054; (C) EMP = -1,2109.	108
Figura 1. Protocolo experimental para produção do mosto de malte.	115
Figura 1. Ficha de aceitação sensorial e intenção de compra.	117

LISTA DE TABELAS

ARTIGO DE REVISÃO

Tecnologias emergentes empregadas na concentração, separação de compostos de outras aplicações em alimentos líquidos

Tabela 1. Aplicações da microfiltração em processamento de alimentos.	13
Tabela 2. Aplicações da ultrafiltração em processamento de alimentos.	17
Tabela 3. Aplicações da nanofiltração em processamento de alimentos.	21
Tabela 4. Aplicações da osmose reversa em processamento de alimentos. ...	25
Tabela 5. Aplicações da osmose direta em processamento de alimentos.	29
Tabela 6. Aplicações da crioconcentração em processamento de alimentos. .	33

ARTIGOS ORIGINAIS

Otimização do processo de crioconcentração centrífuga em múltiplos estágios aplicado a extratos de malte

Tabela 1. Níveis de variáveis independentes para o delineamento composto central rotacional (DCCR).	49
Tabela 2. Ensaio experimental para o delineamento composto central rotacional.	50
Tabela 3. Concentração de sólidos dos extratos de malte (°Brix), nos dois ciclos de crioconcentração e no gelo recirculado.	53
Tabela 4. Eficiência de concentração dos extratos de malte (%), nos dois ciclos de crioconcentração e no gelo recirculado.	53
Tabela 5. Porcentagem de concentrado dos extratos de malte (%), nos dois ciclos de crioconcentração e no gelo recirculado.	54

Tabela 6. Modelos ajustados e coeficientes de determinação (R^2) para a variável dependente concentração de sólidos dos extratos de malte ($^{\circ}$ Brix), nos dois ciclos de crioconcentração e no gelo recirculado. 55

Tabela 7. Modelo ajustado e coeficiente de determinação (R^2) para a variável dependente eficiência de concentração dos extratos de malte (%), nos dois ciclos de crioconcentração e no gelo recirculado. 58

Tabela 8. Modelos ajustados e coeficientes de determinação (R^2) para a variável dependente porcentagem de concentrado dos extratos de malte (%), nos dois ciclos de crioconcentração e no gelo recirculado. 59

Tabela 9. Valores mínimos (L) e alvos (T) estabelecidos para as variáveis respostas analisadas no primeiro ciclo de crioconcentração..... 62

Tabela 10. Valores mínimos (L) e alvos (T) estabelecidos para as variáveis respostas analisadas no segundo ciclo de crioconcentração..... 62

Tabela 11. Valores mínimos (L) e alvos (T) estabelecidos para as variáveis respostas analisadas no gelo recirculado. 63

Tabela 12. Valores mínimos (L) e alvos (T) estabelecidos para as variáveis respostas analisadas no primeiro ciclo de crioconcentração..... 65

Tabela 13. Valores mínimos (L) e alvos (T) estabelecidos para as variáveis respostas analisadas no segundo ciclo de crioconcentração..... 65

Tabela 14. Valores mínimos (L) e alvos (T) estabelecidos para as variáveis respostas analisadas no gelo recirculado. 66

Otimização dos parâmetros de fabricação de refrigerante de malte com base em aspectos físico-químicos e atributos sensoriais

Tabela 1. Níveis de variáveis independentes para o delineamento composto central rotacional (DCCR). 79

Tabela 2. Ensaios experimentais para o delineamento composto central rotacional..... 80

Tabela 3. Valores dos parâmetros físico-químicos dos extratos de malte Pilsen e torrado em base seca (média ± desvio padrão).	84
Tabela 4. Valores observados para os parâmetros físico-químicos dos refrigerantes.	85
Tabela 5. Modelos ajustados e coeficientes de determinação (R^2) para os parâmetros físico-químicos dos refrigerantes.....	86
Tabela 6. Valores observados para os atributos sensoriais dos refrigerantes.	96
Tabela 7. Modelos ajustados e coeficientes de determinação (R^2) para os atributos sensoriais do refrigerante.	97
Tabela 8. Valores mínimos (L) e alvos (T) estabelecidos para os atributos sensoriais do refrigerante.	107
Tabela 9. Aspectos físico-químicos previstos para os parâmetros otimizados do refrigerante.	109
Tabela 10. Atributos sensoriais previstos para os parâmetros otimizados do refrigerante.	110

SUMÁRIO

RESUMO.....	xiv
ABSTRACT	xv
1. INTRODUÇÃO.....	1
1.1. Referências bibliográficas	3
2. OBJETIVOS.....	6
2.1. Objetivo geral	6
2.2. Objetivos específicos	6
2. ARTIGO DE REVISÃO	7
Tecnologias emergentes empregadas na concentração, separação de compostos e outras aplicações em alimentos líquidos.....	7
3. ARTIGOS ORIGINAIS	45
Otimização do processo de crioconcentração centrífuga em múltiplos estágios aplicado a extratos de malte.....	45
Otimização dos parâmetros de fabricação de refrigerante de malte com base em aspectos físico-químicos e atributos sensoriais	75
4. CONCLUSÃO	114
APÊNDICE	115
APÊNDICE 1. Metodologia detalhada.....	115
A1.1 Produção dos mostos de malte.....	115
ANEXOS	117
ANEXO 1. Ficha de aceitação sensorial e intenção de compra	117

RESUMO

SANTOS, Magno Fonseca. **Otimização do processo de concentração de extratos de malte para fabricação de refrigerante.** 2020. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Universidade Federal do Espírito Santo, Alegre – ES. Orientador: Prof. Dr. Luciano Jose Quintão Teixeira. Coorientador(es): Prof. Dr. Antonio Manoel Maradini Filho, Prof. Dr. Sergio Henriques Saraiva.

A concentração de alimentos líquidos é uma operação importante e amplamente utilizada na indústria de alimentos. A principal técnica utilizada na indústria para a concentração de alimentos é a evaporação, no entanto, pode produzir um efeito de dano térmico. Existem métodos emergentes alternativos para substituir a evaporação: tecnologias de membrana (microfiltração, ultrafiltração, nanofiltração, osmose reversa e osmose direta) e crioconcentração. Esses métodos são capazes de concentrar e clarificar alimentos líquidos, promover a estabilidade microbiana, remover microrganismos, separar componentes de misturas, dessalinizar água e desalcoolizar bebidas. Dentre essas diferentes técnicas de concentração, a crioconcentração consiste em congelar total ou parcialmente a solução alimentar líquida para posterior separação da fração de gelo do líquido. O delineamento composto central rotacional (DCCR) foi empregado para otimizar a temperatura de congelamento (T) e o tempo de centrifugação (t) no processo de crioconcentração, realizado com dois ciclos consecutivos e um gelo recirculado (R1) aplicados aos extratos de malte Pilsen (EMP) e torrado (EMT). Para determinar a eficácia dessa tecnologia, foram examinadas a concentração de sólidos (CS), a eficiência de concentração (η) e a porcentagem de concentrado (PC). As melhores respostas foram obtidas em: -28,6 °C e 9,45 min para EMP-1; -23,4 °C e 9,41 min para EMP-2; -23,8 °C e 10,88 min para EMP-R1; -30,0 °C e 10,73 min para EMT-1; -21,2 °C e 8,01 min para EMT-2; -27,7 °C e 9,09 min para EMT-R1. Os resultados mostraram que a combinação de T e t, resultaram em condições mais eficientes para cada ciclo da crioconcentração centrifuga para EMP e EMT. O uso mais extensivo dos extratos de malte é para a fabricação de cervejas e whisky, no entanto não foram encontrados estudos para sua utilização na produção de outros tipos de bebidas não alcoólicas, incluindo o refrigerante. A tecnologia de produção de refrigerantes progrediu consideravelmente nos últimos anos, proporcionando aos consumidores o desenvolvimento de novos produtos, com aromas e sabores diferenciados. O DCCR foi empregado para otimizar a concentração de EMP, EMT e açúcar (A) na produção de um refrigerante com características físico-químicas e sensoriais compatíveis com os tradicionais. Para determinar a qualidade desse refrigerante, foram avaliados os aspectos físico-químicos de pH, acidez, açúcar redutor, açúcar total e cor, e os atributos sensoriais de cor, aroma, gaseificação, sabor, impressão global e intenção de compra. A melhor formulação obtida contém 1,40 % de EMP, 5,50 % de EMT e 9,84 % de A.

Palavras-chave: Concentração por congelamento, função desejabilidade, metodologia de superfície de resposta, técnicas de concentração, extrato de malte, bebida gaseificada.

ABSTRACT

SANTOS, Magno Fonseca. **Optimization of the malt extract concentration process for the manufacture of sodas**. 2020. Dissertation (Master in Food Science and Technology) – Federal University of Espírito Santo, Alegre – ES. Advisor: Prof. Dr. Luciano Jose Quintão Teixeira. Co-advisors: Prof. Dr. Antonio Manoel Maradini Filho, Prof. Dr. Sergio Henriques Saraiva.

The concentration of liquid foods is an important unit operation widely used in the food industry. The main technique used in the food concentration industry is evaporation, however, it can produce a thermal damage effect. There are alternative methods to replace evaporation: membrane technologies (microfiltration, ultrafiltration, nanofiltration, reverse osmosis and forward osmosis) and cryoconcentration. These methods are able to concentrate and clarify liquid foods, promote microbial stability, remove microorganisms, separate components from mixtures, desalinate water and de-alcoholize drinks. Among these different concentration techniques, cryoconcentration consists of freezing all or part of the liquid food solution for later separation of the ice fraction from the liquid. The rotational central composite design (RCCD) was used to optimize the freezing temperature (T) and the centrifugation time (t) in the cryoconcentration process, performed with two consecutive cycles and a recirculated ice (R1) applied to the Pilsen (PME) and roasted (RME) malt extracts. To determine the effectiveness of this technology, the solid concentration (SC), the efficiency of concentration (η) and the percentage of concentrate (PC) were examined. The best responses were obtained at: -28.6 °C and 9.45 min for PME-1; -23.4 °C and 9.41 min for PME-2; -23.8 °C and 10.88 min for PME-R1; -30.0 °C and 10.73 min for PME-1; -21.2 °C and 8.01 min for RME-2; -27.7 °C and 9.09 min for RME-R1. The results showed that the combination of optimized T and t resulted in more efficient conditions for each cycle of centrifugal cryoconcentration for PME and RME. The most extensive use of malt extracts is for the manufacture of beers and whiskey, however studies have not been found for their use in the production of other types of non-alcoholic drinks, including soft drink. The technology of soft drink production has progressed considerably in recent years, providing consumers with the development of new products, with different aromas and flavors. The RCCD was used to optimize the concentration of PME, RME and sugar (S) in the production of a soft drink with physical-chemical and sensory characteristics compatible with traditional soft drinks. To determine the quality of this soft drink, the physico-chemical aspects pH, acidity, reducing sugar, total sugar and color, and the sensory attributes color, aroma, gasification, flavor, global impression and purchase intention were evaluated. The best formulation obtained contains 1.40% PME, 5.50% RME and 9.84% S.

Keywords: Freeze concentration, desirability function, response surface methodology, concentration techniques, malt extract, carbonated drink.

1. INTRODUÇÃO

A concentração de alimentos líquidos é uma operação importante e amplamente utilizada na indústria de alimentos. Essa tecnologia tem como principal objetivo remover a água e aumentar o teor de sólidos para prolongar a vida útil, promovendo a estabilidade microbiana (ORELLANA-PALMA, GONZÁLEZ e PETZOLD, 2019). O processo também reduz o tamanho e o volume do produto para evitar custos excessivos de transporte e armazenamento (JULIAN et al., 2020).

A principal técnica utilizada na indústria para a concentração de alimentos é a evaporação (QUIST-JENSEN et al., 2016). No entanto, o método térmico exige muita energia para evaporar as moléculas de água e pode produzir um efeito térmico prejudicial no produto e não é adequado para soluções com compostos orgânicos voláteis, que podem produzir gases perigosos, aumentando o risco de explosões (JUSOH; YUNUS e HASSAN, 2009; KESHANI et al., 2010; AMRAN et al., 2016).

Existem métodos emergentes alternativos para substituir a evaporação: tecnologias de membrana e crioconcentração. Dentre eles a crioconcentração, também chamada de concentração por congelamento, é uma tecnologia não térmica e ecológica relativamente nova (ORELLANA-PALMA; GONZÁLEZ e PETZOLD, 2019).

Dentre as diferentes técnicas de crioconcentração, a crioconcentração centrífuga em bloco pode ser empregada como uma poderosa técnica de concentração, tipicamente usando ciclos consecutivos com alta eficiência de separação e qualidade da fração concentrada (ORELLANA-PALMA; GONZÁLEZ e PETZOLD, 2019). A técnica utiliza três etapas: congelamento completo, descongelamento parcial e separação. Uma solução líquida é completamente congelada, em seguida o bloco de gelo é parcialmente descongelado e, finalmente, o concentrado é separado da fração de gelo (ORELLANA-PALMA et al., 2020). A etapa final é assistida por centrifugação, onde o processo aproveita a matriz congelada formada por veias entre os cristais de gelo que ocluem a solução concentrada (ORELLANA-PALMA, GONZÁLEZ e PETZOLD, 2019).

A crioconcentração centrífuga em bloco como técnica de concentração eficaz foi aplicada a diferentes amostras de líquidos congelados, como suco de laranja (ORELLANA-PALMA et al., 2017; ORELLANA-PALMA; GONZÁLEZ e PETZOLD, 2019), suco de romã (GUERRA-VALLE et al., 2018), água salobra (LUO, CHEN e HAN, 2010), suco de maçã (ZIELINSKI et al., 2018; ORELLANA-PALMA et al., 2020), sucos de mirtilo e abacaxi (PETZOLD et al., 2015) e proteínas (VIRGEN-ORTÍZ et al., 2013), podendo também ser aplicada à extratos, como o de malte.

O extrato de malte, obtido essencialmente da cevada, é o resultado da desidratação total ou parcial do mosto de malte até o estado sólido ou de consistência xaroposa ou pastoso, devendo apresentar propriedades do mosto de malte, quando reconstituído (BRASIL, 2014). O uso mais extensivo do extrato de malte de cevada em todo o mundo é como fonte de açúcares fermentescíveis para fermentações alcoólicas, principalmente para a fabricação de cervejas (KAUR et al., 2015), mas também para a produção do whisky (KEW et al., 2017). No entanto, não foram encontrados estudos para utilização de extrato de malte de cevada para produção de outros tipos de bebidas não alcoólicas, incluindo o refrigerante.

Os refrigerantes são um dos mais populares tipos de bebidas não alcoólicas gaseificadas disponíveis no mercado (KASMI et al., 2016). Conforme definido pelo Decreto nº 6.871, de 4 de junho de 2009, o refrigerante é a bebida gaseificada, obtida pela dissolução em água, de suco ou extrato natural, adicionada de açúcar ou edulcorantes (adoçantes) (BRASIL, 2009).

A indústria de refrigerantes é um setor muito competitivo, caracterizado por numerosas empresas menores e dominado por poucas multinacionais. Seu consumo aumentou substancialmente nos últimos 50 anos. Além disso, sua demanda mudou devido a mudanças no comportamento dos consumidores. O mercado de refrigerantes é um domínio de aplicação interessante, uma vez que representa 14,03% do mercado de bens de consumo embalados. O setor de refrigerantes não está apenas crescendo no consumo, mas também está em constante evolução, à medida que as empresas são forçadas a investir em pesquisa, inovação e desenvolvimento para serem competitivas e responderem às solicitações do mercado. Ao mesmo tempo, novas estratégias de marketing são necessárias e muitas vezes são mais importantes do que o próprio produto

para satisfazer as necessidades dos novos consumidores (DEMARTINI et al., 2018).

O sabor é talvez a característica mais importante de um refrigerante, por isso não é de surpreender que o desenvolvimento das indústrias de aromas e refrigerantes esteja intimamente ligado. A tecnologia de sabor para refrigerantes progrediu consideravelmente nos últimos anos. Pesquisas consideráveis têm sido conduzidas para entender melhor os mecanismos de interação entre os compostos aromáticos e os ingredientes usados na formulação dos refrigerantes (FADEL et al., 2015).

1.1. Referências bibliográficas

AMRAN, N. A.; SAMSURI, S.; SAFIEI, N. Z.; ZAKARIA, Z. Y.; JUSOH, M. Parametric study on the performance of progressive cryoconcentration system. **Journal Chemical Engineering Communications**, v. 203, n. 7, p. 957-975, 2016.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Decreto nº 6.871, de 4 de junho de 2009. Regulamento da Lei nº 8.918, de 14 de julho de 1994, sobre a padronização, a classificação, o registro, a inspeção e a fiscalização da produção e do comércio de bebidas. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 4 jun. 2009, seção 1, p. 20.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Portaria nº 8, de 17 de janeiro de 2014. Proposta brasileira para os Padrões de Identidade e Qualidade (PIQ) dos produtos de cervejaria no MERCOSUL. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 17 jan. 2014, seção 1, p. 13.

DEMARTINI, M.; PINNA, C.; ALIAKBARIAN, B.; TONELLI, F.; TERZI, S. Soft drink supply chain sustainability: A case based approach to identify and explain best practices and key performance indicators. **Sustainability**, v. 10, n. 10, p. 3540, 2018.

FADEL, H. H. M.; TAHER, M. S.; GAD, A. M.; KANDIL, E. M.; EL-ALEEM, F. S. A. Flavor release from a banana soft drink complex model system: Evaluation of the efficiency of different adsorbents for trapping the released volatiles during storage. **International Journal of Food Properties**, v. 18, n. 4, p. 796-807, 2015.

GUERRA-VALLE, M. E.; MORENO, J.; LILLI-PÉREZ, S.; PETZOLD, G.; SIMPSON, R.; NUÑEZ, H. Enrichment of apple slices with bioactive compounds from pomegranate cryoconcentrated juice as an osmodehydration agent. **Journal of Food Quality**, article id 7241981, 2018, 9p.

JULIAN, H.; YAOHANNY, F.; DEVINA, A.; PURWADI, R.; WENTEN, I. G. Apple juice concentration using submerged direct contact membrane distillation (SDCMD). **Journal of Food Engineering**, v. 272, article id 109807, 2020.

JUSOH, M.; YUNUS, R. M.; HASSAN, M. A. A. Development of a new crystallisation chamber for a progressive freeze concentration system. **Recent Advances in Technologies**, v. 33, p. 587-600, 2009.

KASMI, M.; CHATTI, A.; HAMDU, M.; TRABELSI, I. Eco-friendly process for soft drink industries wastewater reuse as growth medium for *Saccharomyces cerevisiae* production. **Clean Technologies and Environmental Policy**, v. 18, n. 7, p. 2265-2278, 2016.

KAUR, M.; BOWMAN, J. P.; STEWART, D. C.; EVANS, D. E. The fungal community structure of barley malts from diverse geographical regions correlates with malt quality parameters. **International Journal of Food Microbiology**, v. 215, p. 71-78, 2015.

KESHANI, S.; CHUAH, L.; NOUROUZI, M. M.; RUSSLY, A. R.; JAMILAH, B. Optimization of concentration process on pomelo fruit juice using response surface methodology (RSM). **International Food Research Journal**, v. 17, p. 733-742, 2010.

KEW, W.; GOODALL, I.; CLARKE, D.; UHRÍN, D. Chemical diversity and complexity of scotch whisky as revealed by high-resolution mass spectrometry. **Journal of The American Society for Mass Spectrometry**, v. 28, n. 1, p. 200-213, 2017.

LUO, C.; CHEN, W.; HAN, W. Experimental study on factors affecting the quality of ice crystal during the freezing concentration for the brackish water. **Desalination**, v. 260, p. 231-238, 2010.

ORELLANA-PALMA, P.; GONZÁLEZ, Y.; PETZOLD, G. Improvement of centrifugal cryoconcentration by ice recovery applied to orange juice. **Chemical Engineering and Technology**, v. 42, n. 4, p. 925-931, 2019.

ORELLANA-PALMA, P.; LAZO-MERCADO, V.; GIANELLI, M. P.; HERNÁNDEZ, E.; ZÚÑIGA, R. N.; PETZOLD, G. Influence of cryoconcentration on quality attributes of apple juice (*Malus domestica* cv. Red Fuji). **Applied Sciences**, v. 10, n. 3, p. 959, 2020.

ORELLANA-PALMA, P.; PETZOLD, G.; ANDANA, I.; TORRES, N.; CUEVAS, C. Retention of ascorbic acid and solid concentration via centrifugal freeze concentration of orange juice. **Journal of Food Quality**, article ID 5214909, 2017, 7p.

PETZOLD, G.; MORENO, J.; LASTRA, P.; ROJAS, K.; ORELLANA, P. Block freeze concentration assisted by centrifugation applied to blueberry and pineapple juices. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 30, p. 192-197, 2015.

QUIST-JENSEN, C.A.; MACEDONIO, F.; CONIDI, C.; CASSANO, A.; ALJLIL, S.; ALHARBI, O.; DRIOLI, E. Direct contact membrane distillation for the concentration of clarified orange juice. **Journal of Food Engineering**, v. 187, p. 37-43, 2016.

VIRGEN-ORTÍZ, J. J.; IBARRA-JUNQUERA, V.; ESCALANTE-MINAKATA, P.; OSUNA-CASTRO, J. A.; ORNELAS-PAZ, J. J.; MANCILLA-MARGALLI, N. A.; CASTAÑEDA-AGUILAR, R. L. Improving sodium dodecyl sulfate polyacrylamide gel electrophoresis detection of low-abundance protein samples by rapid freeze centrifugation. **Analytical Biochemistry**, v. 443, p. 249–251, 2013.

ZIELINSKI, A. A. F.; ZARDO, D. M.; ALBERTI, A.; BORTOLINI, D. G.; BENVENUTTI, L.; DEMIATE, I. M.; NOGUEIRA, A. Effect of cryoconcentration process on phenolic compounds and antioxidant activity in apple juice. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 99, p. 2786–2792, 2018.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo geral

Pesquisar as tecnologias emergentes de concentração de alimentos líquidos, avaliar a melhoria da crioconcentração centrífuga em blocos, com recuperação de concentrado da fração de gelo, através da otimização dos parâmetros do processo aplicada aos extratos de malte e desenvolver um novo refrigerante de malte, com características físico-químicas e sensoriais compatíveis com os refrigerantes tradicionais.

2.2. Objetivos específicos

- a) Pesquisar as tecnologias emergentes de concentração de alimentos líquidos;
- b) Elaborar e caracterizar extratos de malte Pilsen e torrado;
- c) Concentrar os extratos de malte usando a metodologia de crioconcentração centrífuga em blocos;
- d) Determinar a concentração de sólidos, eficiência de concentração e porcentagem de concentrado dos extratos de malte elaborados;
- e) Definir quais os melhores valores para os parâmetros do processo de crioconcentração centrífuga em blocos;
- f) Determinar a composição físico-química dos extratos de malte elaborados;
- g) Elaborar os refrigerantes à base de malte Pilsen e torrado;
- h) Determinar a composição físico-química dos refrigerantes elaborados;
- i) Realizar análises microbiológicas dos refrigerantes elaborados;
- j) Determinar a aceitação sensorial dos refrigerantes elaborados;
- k) Definir qual a melhor formulação para se produzir um refrigerante de malte de cevada.

2. ARTIGO DE REVISÃO

Tecnologias emergentes empregadas na concentração, separação de compostos e outras aplicações em alimentos líquidos

Magno Fonseca Santos^{a*}, Antonio Manoel Maradini Filho^a, Sérgio Henriques Saraiva^a, Luciano José Quintão Teixeira^a

^a Departamento de Engenharia de Alimentos, Centro de Ciências Agrárias e Engenharias, Universidade Federal do Espírito Santo, Alto Universitário; s/n, 29500-000, Alegre, ES, Brasil. E-mails: magnofsantos@hotmail.com, antoniomaradinifilho@yahoo.com, sergiohsaraiva@gmail.com, lucjteixeira@yahoo.com.br

* Autor correspondente: Departamento de Engenharia de Alimentos, Centro de Ciências Agrárias e Engenharias, Universidade Federal do Espírito Santo, Alto Universitário; s/n, 29500-000, Alegre, ES, Brasil. E-mail: magnofsantos@hotmail.com

Resumo

A concentração de alimentos é uma operação importante e amplamente utilizada na indústria de alimentos. A principal técnica utilizada pela indústria para a concentração de alimentos é a evaporação, no entanto, este processo pode produzir efeitos deletérios devido a aplicação de calor. Existem vários métodos emergentes alternativos para substituir a evaporação: tecnologias de membrana (microfiltração, ultrafiltração, nanofiltração, osmose reversa e osmose direta) e crioconcentração. Esses métodos são capazes de concentrar e clarificar alimentos líquidos, promover a estabilidade microbiana, remover microrganismos, separar componentes de misturas, dessalinizar água e desalcoolizar bebidas. O objetivo deste trabalho foi elaborar uma revisão de literatura trazendo os últimos avanços nessa área. A pesquisa realizada demonstrou que estas tecnologias emergentes podem ser utilizadas para

concentrar compostos bioativos em alimentos preservando suas funcionalidades.

Palavras-chave: Ultrafiltração, microfiltração, nanofiltração, osmose reversa, osmose direta, crioconcentração.

Abreviações: MF: microfiltração; UF: ultrafiltração; NF: nanofiltração; OR: osmose reversa; OD: osmose direta; Da: Dalton.

Destaques

1. As tecnologias de membrana preservam as propriedades funcionais dos produtos alimentícios, sem redução de nutrientes e compostos bioativos.
2. As membranas são filtros ou barreiras que separam duas fases e restringem o transporte de uma ou várias espécies presentes nas fases.
3. As membranas podem ser utilizadas em processos de microfiltração, ultrafiltração, nanofiltração, osmose inversa e osmose direta.
4. A crioconcentração é um processo alternativo caracterizado por baixas temperaturas que geram um concentrado de alta qualidade.

1. Introdução

A concentração de alimentos é uma operação importante e amplamente utilizada na indústria de alimentos. Essa tecnologia tem como principal objetivo remover a água e aumentar o teor de sólidos para prolongar a vida útil, promovendo a estabilidade microbiana (Orellana-Palma, González e Petzold, 2019). O processo também reduz o tamanho e o volume do produto para evitar custos excessivos de transporte e armazenamento (Julian et al., 2020) e é comumente utilizado como pré-processamento em processos de secagem como o spray dryer (Lima et al., 2019).

A principal técnica utilizada na indústria para a concentração de alimentos líquidos é a evaporação (Quist-Jensen et al., 2016). Nesse método, o uso de altas temperaturas, e em diferentes estágios, provoca a evaporação de parte da água possibilitando atingir a concentração desejada. No entanto, por ser um

método térmico ele produz efeitos deletérios em compostos sensíveis ao calor, resultando na alteração de sabor e cor. Além disso, quando empregado em alimentos contendo compostos orgânicos voláteis pode produzir gases perigosos, aumentando o risco de explosões (Jusoh, Yunus e Hassan, 2009; Assawarachan e Noomhorm, 2010; Keshani et al., 2010; Amran et al., 2016).

Existem métodos emergentes alternativos que podem substituir a evaporação: tecnologias de membrana e crioconcentração. As tecnologias de membrana exploram as diferentes propriedades físico-químicas das misturas para obter a separação dos componentes (Loizzo et al., 2019). Já a crioconcentração consiste em congelar total ou parcialmente a solução líquida para posterior separação da fração de gelo do líquido (Guerra-Valle et al., 2018).

Esses processos podem ser aplicados para concentrar compostos bioativos de sucos, extratos vegetais e leite, reduzindo os danos causados pela evaporação térmica convencional da água e resultando na manutenção de suas características nutricionais, funcionais e sensoriais (Girard e Fukumoto, 2000). Este trabalho de revisão descreve as tecnologias emergentes que podem ser usadas para melhorar a concentração de alimentos líquidos, a fim de aumentar sua eficácia e seus usos no presente e no futuro.

2. Tecnologias de membrana

Comparado aos processos de separação convencionais, os processos de separação por membrana provocaram uma mudança significativa na indústria de processamento de alimentos e têm ganhado mais atenção devido a suas vantagens, como alta seletividade, menor consumo de energia e facilidade de implementação (Mohammad et al. 2012). Essas tecnologias preservam as propriedades funcionais dos produtos alimentícios, sem redução significativa dos nutrientes e compostos bioativos, além de serem processamentos mais limpos devido à ausência de produtos químicos (Soodam e Guinee, 2018; Loizzo et al., 2019). Consequentemente, as tecnologias de membrana como técnicas não térmicas foram utilizadas como substitutos para as técnicas tradicionais de clarificação de sucos, por não envolver mudança de fase nem agentes químicos (Cai et al., 2020).

Membrana pode ser definida como um filtro ou barreira que separa duas fases e que restringe, total ou parcialmente, o transporte de uma ou várias espécies químicas presentes nas fases (Souto et al., 2005). A morfologia da membrana e a natureza do material que a constitui são algumas das características que vão definir o tipo de aplicação e a eficiência de separação. Sua aplicação depende da microporosidade da membrana, que determina quais componentes da alimentação serem retidos ou permeados (Soodam e Guinee, 2018). Já a eficiência de separação depende muito de sua interação com o fluido a ser processado, o que inclui o material da membrana e a distribuição do tamanho dos poros (Mirsaeedghazi et al., 2010).

Diferentes tipos de compostos de alto valor agregado podem ser separados por tecnologias de membrana, como carboidratos, pectina, açúcares, compostos antioxidantes, antocianinas, proteínas e compostos fenólicos (Nazir et al., 2019). Processos de membrana como microfiltração, ultrafiltração, nanofiltração, osmose reversa e osmose direta têm sido utilizados para descoloração, clarificação, estabilização, despectinização, concentração e remoção de impurezas (Guo et al., 2018), especificamente na produção de sucos com alta qualidade, sabor natural e livres de aditivos (Shi et al., 2019).

2.1. Microfiltração

A microfiltração (MF) é uma tecnologia de membrana acionada por pressão (0,3 a 2,1 bar) que tem sido aplicada a compostos separados de alto valor agregado, oferecendo várias vantagens tecnológicas (Castro-Muñoz e Fíla, 2018), podendo substituir a centrifugação (Chakraborty, Uppaluri e Das, 2020).

As membranas de MF têm tamanho de poro variando de 100 a 10000 nm e peso molecular de corte superior a 500000 Da, podendo remover colóides, emulsões, impurezas de alto peso molecular, incluindo microrganismos. Panigrahi et al. (2018) descrevem um esquema de configuração de MF, ilustrado na Figura 1. O sistema de MF consiste em um tanque de alimentação, um módulo de membrana, uma bomba auxiliar, dois manômetros (na entrada e saída do módulo de membrana), duas válvulas e um rotâmetro. A válvula de desvio e a válvula reguladora de contrapressão na linha retentada foram usadas para ajustar e manter a pressão transmembranar desejada e a taxa de fluxo cruzado

independentemente. Os experimentos foram realizados em um ambiente controlado, impedindo o crescimento de bactérias na corrente retentada, no modo de ciclo total, com reciclagem de permeado e retentado no tanque de alimentação para manter uma concentração uniforme de alimentação. Controlando as válvulas de desvio e de retenção, as pressões transmembranares e as taxas de fluxo cruzado foram definidas independentemente.

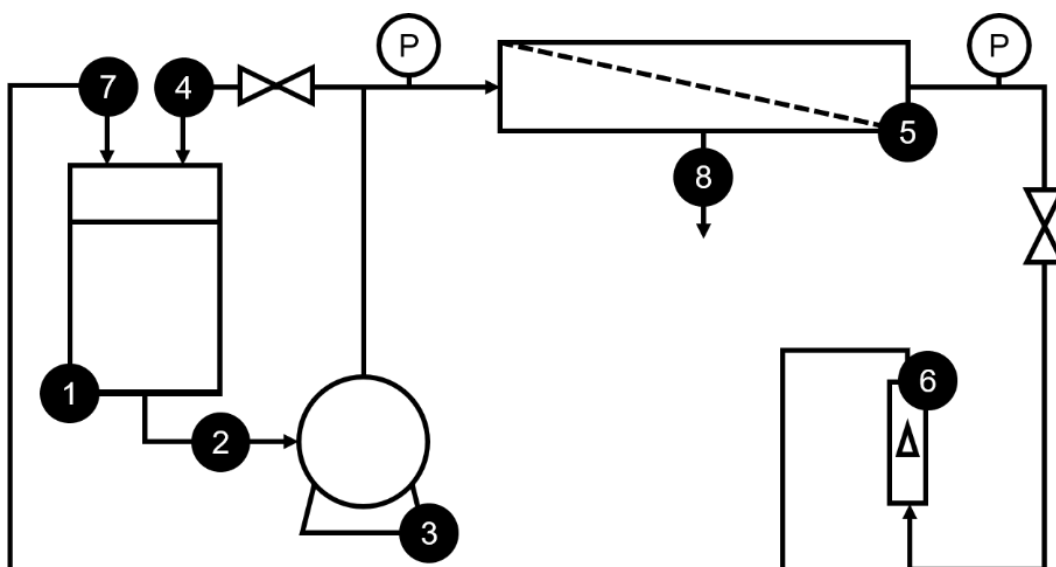


Figura 1. Diagrama esquemático da unidade experimental de microfiltração de fibra oca. 1: tanque de alimentação; 2: tubo de sucção; 3: bomba de reforço; 4: tubo de derivação; 5: módulo de membrana; 6: rotâmetro; 7: linha do tubo de fluxo de saída do rotâmetro; 8: linha do permeado.

Fonte: Adaptado de Panigrahi (2018).

O processamento de MF apresenta baixo consumo de energia; alta eficiência de separação, fácil implementação e operação, alta produtividade, ausência de transição de fase e não uso de solventes adicionais, que favorecem a recuperação do soluto (Viera et al., 2020). Comparada à ultrafiltração, a MF possui melhor eficiência energética e menor pressão de operação no tratamento de suco, o que é benéfico para sua aplicação industrial (Ilame e Singh, 2015). O aumento da temperatura da MF aumenta o fluxo de permeação, no entanto, o aumento do fluxo pode aumentar a taxa de incrustação, causada pelos materiais insolúveis pécnicos e celulósicos presentes nos sucos de frutas (De Oliveira,

Docê e De Barros, 2012), o que pode diminuir a permeação dos outros compostos.

Essa tecnologia é mais usada para clarificação de sucos e remoção de resíduos em nível industrial (Castro-Muñoz, Conidi e Cassano, 2018). Na Tabela 1 são mostrados resultados publicados sobre o uso da MF em sucos de frutas ou extratos de outros materiais vegetais e leite.

A principal aplicação da MF, mostrada nos estudos recentes, é para garantir a estabilidade microbiológica e remover microrganismos estendendo a vida útil dos produtos, embora algumas publicações sugiram a aplicação dessa tecnologia de membrana para clarificar sucos e outros extratos.

Tabela 1. Aplicações da microfiltração em processamento de alimentos.

Tipo de alimento	Objetivo	Resultado	Referência
Suco de romã	Avaliar se a MF poderia substituir a pasteurização como uma técnica de estabilização microbiológica do suco fresco minimamente processado	Os dados demonstraram que a MF era comparável à pasteurização, garantindo estabilidade microbiológica do suco, evitando a deterioração do produto	Colantuono et al. (2018)
Caldo de cana	Atingir o fluxo máximo, retenção mínima de sacarose, rejeição máxima de sólidos totais e remoção máxima de microrganismos do permeado	As condições otimizadas de operação foram: pressão transmembrana = 104 kPa e velocidade de fluxo cruzado = 0,369 m/s	Panigrahi et al. (2018)
Suco de maçã	Investigar a lacase imobilizada em nanopartículas de sílica magnética quelatadas por metais e usada para clarificação contínua de suco	O tratamento com lacase imobilizada combinada com a MF proporcionou um suco estável com menor perda de compostos fenólicos totais e atividade antioxidante	Wang et al. (2020)
Suco de cabaça	Definir parâmetros de referência úteis para a clarificação do suco usando membranas cerâmicas.	A membrana de 0,75 µm com pressão transmembrana de 137,9 kPa exibiu o melhor desempenho combinatório em termos de características de incrustação, cor, translucidez, teor de proteína, teor de carboidrato e teor de polifenóis	Chakraborty, Uppaluri e Das (2020)

Leite cru	Obter um isolamento mais suave do material de membrana de glóbulos de gordura do leite por MF cerâmica em escala piloto de leite cru	O trabalho descreve um método de produção industrialmente relevante para um material de membrana de glóbulos de gordura do leite menos processado e de alta pureza	Hansen et al. (2020)
Vinho de amora	Fornecer uma orientação para a MF de vinho, analisando o desempenho com diferentes membranas, relacionando com o mecanismo de bloqueio de poros e a identificação de contaminantes	A MF proporcionou um vinho com maior translucidez, altamente polidisperso, de cor clara e com estabilidade de esterilização satisfatória	Xiong et al. (2020)
Molho de soja	Fornecer uma compreensão global da incrustação de membranas, oferecendo assim orientações para sua aplicação industrial.	A membrana PVDF de 0,45 µm exibiu uma eficiência de filtração relativamente alta resultante da baixa propensão à incrustação, que foi altamente correlacionada com a rugosidade da superfície da membrana	Guo et al. (2020)
Extrato de erva mate	Estender a vida útil dos extratos usando clarificação por separação de membrana	O extrato clarificado manteve sua estabilidade fenólica e diminuiu a turbidez ao longo de 30 dias de armazenamento, aumentando sua vida útil	Santos et al. (2020)

2.2. Ultrafiltração

Nas últimas duas décadas, os pesquisadores estudaram amplamente a clarificação de sucos de frutas e vegetais usando ultrafiltração (UF), substituindo o uso de técnicas térmicas tradicionais (Bhattacharjee, Saxena e Dutta, 2018). A UF é um processo industrial acionado por pressão (1 a 10 bar) que separa compostos valiosos dos sucos, eliminam o uso de enzimas, produtos químicos e calor, diminuindo assim as chances de contaminação e falha do processo (Gulec, Bagci e Bagci, 2018; Ghosh et al., 2019; Cai et al., 2020).

As membranas de UF tem tamanho de poro variando de 1 a 100 nm e peso molecular de corte variando de 10000 a 500000 Da, sendo capazes de reter macromoléculas, como proteínas, taninos e polifenóis no retido, enquanto micro solutos, por exemplo, açúcares, vitaminas, ácidos orgânicos, compostos aromáticos, pigmentos e sais permeiam através da membrana junto com a água. A parte retida ou concentrada produzida pela UF é composta de fibras e sólidos em suspensão e o permeado é principalmente água e micromoléculas essenciais, livres de microrganismos indesejáveis (Bhattacharjee, Saxena e Dutta, 2018).

Li et al. (2018a) descrevem um sistema de UF laboratorial, conforme ilustrado na Figura 2, que consiste em uma unidade de membrana cerâmica, um tanque de alimentação, uma bomba, um medidor de vazão, medidores de pressão e um termômetro. A amostra é bombeada para dentro do módulo de membrana a partir do tanque de alimentação e permeada radialmente através da membrana para clarificação em um modo de fluxo cruzado. O retido é devolvido ao tanque de alimentação, enquanto o permeado é coletado próximo à instalação. O volume de amostra no sistema é mantido constante a 50 L durante todo o experimento, adicionando continuamente amostra no tanque de alimentação. A pressão transmembranar e a velocidade do fluxo cruzado são controladas pelas válvulas de entrada, de saída e lateral do permeado. O fluxo do permeado é medido usando um cilindro graduado e um cronômetro.

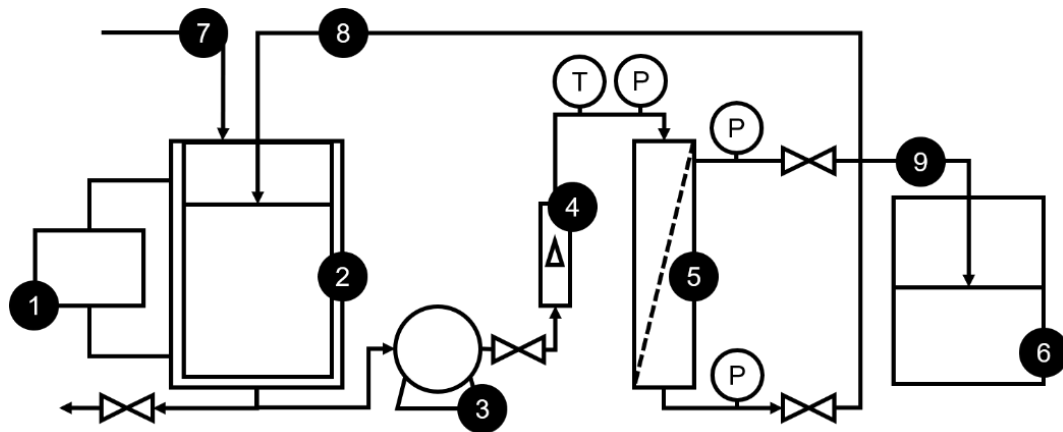


Figura 2. Diagrama esquemático do sistema de ultrafiltração laboratorial. 1: banho d'água; 2: tanque de alimentação; 3: bomba; 4: medidor de vazão; 5: módulo de membrana; 6: permeado; 7: amostra; 8: fluxo do retido; 9: fluxo do permeado.

Fonte: Adaptado de Li et al. (2018).

A UF é usada principalmente para remoção de sólidos em suspensão, responsáveis pela formação de neblina e fatores relacionados a turbidez, mas poderia ser usada para concentrar compostos fenólicos em sucos, mantendo com sucesso uma alta porcentagem de polifenóis em seu retido (Conidi et al., 2017). Por se tratar de uma operação de baixa temperatura, também conhecido como esterilização a frio (Ghosh et al., 2019), as chances de atividade microbiana danificar o permeado são mínimas em comparação às técnicas de evaporação térmica (Bhattacharjee, Saxena e Dutta, 2018). No entanto, a incrustação de membranas é uma grande desvantagem da UF, especialmente em membranas poliméricas, limitando seu uso na indústria de suco de frutas (Zhao et al., 2015).

É necessário entender as alterações dos perfis físico-químicos dos sucos pelo tratamento da UF, principalmente os compostos fenólicos e a estabilidade do suco durante o armazenamento (Cai et al., 2020), assim como entender o mecanismo de incrustação de um processo específico para controlar a incrustação de membranas e melhorar o desempenho a longo prazo da UF (Yilmaz e Bagci, 2019). Na Tabela 2 são mostrados resultados publicados sobre o uso da UF para a clarificação de alguns sucos de frutas ou extratos de outros materiais vegetais.

Tabela 2. Aplicações da ultrafiltração em processamento de alimentos.

Tipo de alimento	Objetivo	Conclusão	Referência
Suco de melancia	Analisar a incrustação e qualidade do suco clarificado	O suco clarificado não apresentou alterações significativas em suas propriedades físico-químicas e a incrustação reversível apresentou contribuição mais significativa para a resistência total	Bhattacharjee, Saxena e Dutta (2018)
Suco de maçã	Investigar as condições de clarificação sobre as propriedades físico-químicas, de fluxo e armazenamento	As condições mais adequadas para a clarificação por UF foram: material de membrana = polietersulfona; corte de peso molecular = 10kDa; pressão transmembrana = 0,75 MPa e taxa de fluxo cruzado = 30 L/h	Cai et al. (2020)
Suco de brócolis	Estudar o comportamento de incrustação e a qualidade do suco clarificado	A membrana de polietersulfona a 50 kDa de pressão transmembrana foi considerada a membrana mais adequada para a clarificação do suco	Yilmaz e Bagci (2019)
Suco de jamun	Determinar o período de armazenamento do suco de jamun clarificado por diferentes métodos	A UF pode ser considerada como o melhor método para clarificação do suco, com um prazo de validade prolongado e ótimas qualidades	Ghosh et al. (2019)

Suco de kinnow	Estudar os efeitos da queda da taxa de fluxo cruzado e da pressão transmembranar na qualidade do suco de permeado	A membrana de polissulfona com corte de peso molecular da membrana de 30 kDa foi a mais adequada, selecionada pelos critérios: fluxo do permeado e qualidade do suco, atendendo os padrões de suco cítrico	Ilame e Singh (2018)
Suco de amora	Investigar a influência da clarificação e armazenamento subsequente nas propriedades fenólicas e na cor do suco	A membrana de UF com corte de peso molecular de 100 kDa possui grande potencial na clarificação de sucos com o objetivo de enriquecer compostos fenólicos e melhorar as atividades bioativas e a estabilidade de armazenamento	Li et al. (2019b)
Suco de laranja	Isolar compostos de fitosterol do suco	A membrana de celulose regenerada apresentou o maior fluxo de permeado, com maior índice de incrustação e boa eficiência de separação dos fitoesteróis do suco, mas todas as membranas investigadas apresentaram eficiência de limpeza maior que 95%	Abd-Razak, Chew e Bird (2019)
Caldo de cana	Discutir um processo de refino de açúcar intensificado para remover a cor e simplificar o refino adicional	O processo assistido por UF produziu produtos de açúcar de grau alimentar de alta qualidade, atendendo às especificações comerciais, com economias consideráveis em custos de capital e operacionais	Vu, LeBlanc e Chou (2020)

A clarificação de diferentes sucos de frutas usando UF resulta na melhoria da cor e aumenta a translucidez do suco, eliminando substâncias pécticas e partículas coloidais. O suco clarificado tem uma viscosidade mais baixa devido à remoção de macromoléculas e sólidos em suspensão, e os sólidos solúveis que são principalmente açúcar e vitaminas são recuperados no permeado.

2.3. Nanofiltração

A nanofiltração (NF) é uma tecnologia de separação da fase líquida, econômica e de baixo impacto ambiental. Ela pode separar eficientemente solutos de baixo peso molecular por exclusão de tamanho e efeito de carga (Shon et al., 2013; Li et al., 2015a). Essa tecnologia consiste em um processo de membranas nanoporosas, com tamanho de poro variando de 1 a 5 nm e peso molecular de corte variando de 200 a 1000 Da, acionado por pressão (7 a 10 bar) e suas propriedades estão entre as de membranas de osmose reversa não porosa e as membranas de ultrafiltração porosa (Shon et al., 2013).

A NF foi desenvolvida como uma tecnologia promissora para reter ingredientes de alimentos e medicamentos promovendo a extração de água sem os efeitos térmicos. Essa tecnologia apresenta alta rejeição a solutos, alta permeabilidade à água e requisitos de pressão moderada (Maher, Sadeghi e Moheb, 2014; Lim et al., 2014; Li et al., 2015a).

Li e Shahbazi (2006) descrevem um sistema de NF que consiste em uma bomba de recirculação, unidade de NF e uma unidade de ponderação de permeado online. No diagrama do sistema de NF mostrado na Figura 3, o permeado ultrafiltrado é circulado do fermentador para a unidade de membrana a uma velocidade constante através de uma bomba positiva. O fermentador é utilizado para manter o permeado ultrafiltrado a temperatura e pH constantes. O concentrado é reciclado para o fermentador através da bomba enquanto o permeado é coletado em um recipiente e colocado em uma balança eletrônica.

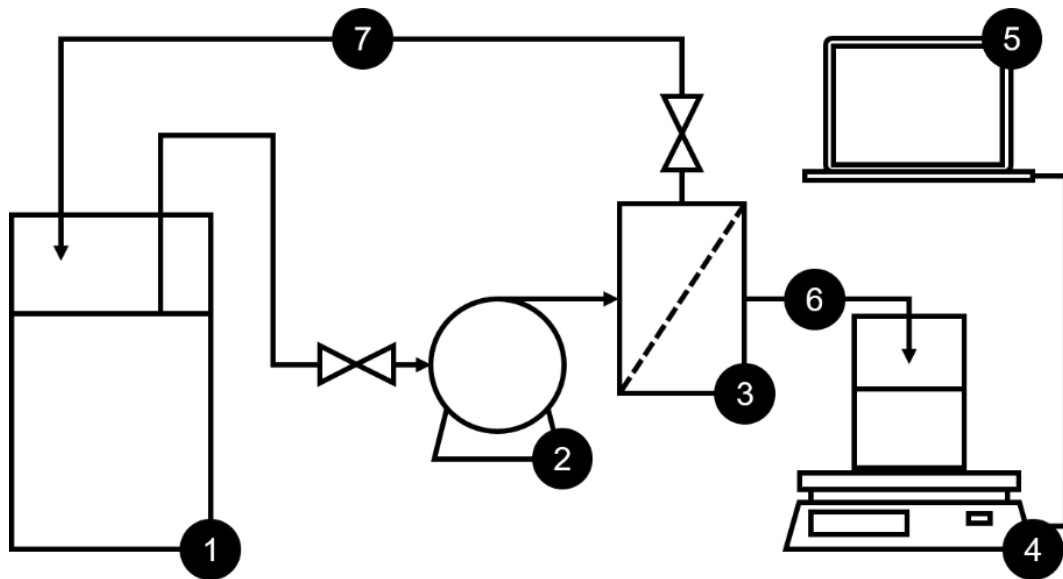


Figura 3. Diagrama esquemático do sistema de separação por membranas de nanofiltração. 1: fermentador; 2: bomba de recirculação; 3: unidade de membrana; 4: balança; 5: computador; 6: permeado; 7: concentrado de volta ao fermentador.

Fonte: Adaptado de Li e Shahbazi (2006).

Uma das principais vantagens do emprego de membranas de NF é a seleção de membranas ideais com limite de peso molecular adequado, podendo ser usada para fracionar moléculas de peso molecular semelhante (faixa de 100-2000 Da) (Li et al., 2019a). A NF também tem se mostrado vantajosa em termos de custo, uma vez que o processo consome menos energia do que as tecnologias de membrana, como osmose reversa e evaporação osmótica (Acosta et al., 2017).

A aplicação da NF para concentração de sucos e extratos de frutas ou vegetais é relativamente nova e existem muitos problemas teóricos e técnicos a serem resolvidos (Li et al., 2019a). Na Tabela 1 são mostrados resultados publicados sobre o uso da NF para a concentração de alguns sucos de frutas ou extratos de outros materiais vegetais.

Embora algumas publicações tenham discutido a aplicação dessa tecnologia de membrana como uma excelente alternativa para concentrar compostos bioativos, como compostos fenólicos e polifenólicos, ela também pode ser utilizada como ferramenta para separar componentes em misturas.

Tabela 3. Aplicações da nanofiltração em processamento de alimentos.

Tipo de alimento	Objetivo	Conclusão	Referência
Suco de amora	Determinar a viabilidade da concentração dos principais compostos polifenólicos encontrados em suco clarificado	A membrana NF270 a 3 MPa de pressão transmembrana apresentou potencial de concentração dos principais compostos polifenólicos	Acosta et al. (2017)
Suco de morango	Avaliar a viabilidade dos processos de separação na concentração dos compostos bioativos	A NF mostrou-se uma alternativa eficaz para a concentração dos principais compostos bioativos com manutenção da cor vermelha e dos compostos fenólicos essenciais para a qualidade	Arend et al. (2017)
Açúcar	Avaliar os fatores que afetam a separação do xilitol da xilose e arabinose	A membrana de NF interna de polietersulfona tem um alto potencial para a separação do xilitol e é semelhante ao método cromatográfico amplamente utilizado	Faneer et al. (2017)
Extrato de folhas de oliveira	Produzir uma fração concentrada de oleuropeína	A fração concentrada obtida pela membrana NF apresentou alto conteúdo de oleuropeína, o que torna essa tecnologia útil no desenvolvimento de novos produtos com propriedades funcionais adequadas	Khemakhem et al. (2017)

Extrato de bagaço de maçã	Avaliar a viabilidade técnica e econômica da concentração de compostos fenólicos em escala piloto em laboratório	A NF mostrou viabilidade técnica na extração e concentração de polifenóis em laboratório e em escala piloto, mas não era economicamente viável sob as premissas feitas	Uyttebroek et al. (2018)
Extrato de semente de uva	Otimizar as condições de concentração para maximizar o rendimento das procianidinas e compostos polifenólicos	As condições ótimas de concentração de NF foram: corte de peso molecular da membrana de NF = 400 Da; concentração de procianidinas = 27,66 µg/mL; pH = 5,20	Li et al. (2018b)
Suco de uva	Estabelecer um modelo de previsão com base na NF para separar procianidinas em temperatura ambiente	O modelo matemático pode prever a rejeição de procianidinas, a atividade antioxidante foi preservada de forma eficaz	Li et al. (2019b)
Água potável	Testar a seletividade da membrana ideal para a purificação da água potável contaminada com metais pesados	As membranas de NF adulteradas com sacarose foram escolhidas para estudo, mostrando uma boa rejeição para metais pesados e capacidade de separação estável durante um teste ininterrupto de 30 horas	Shen et al. (2020)

2.4. Osmose reversa

Nos últimos anos a osmose reversa (OR) tem despertado interesse devido ao seu potencial de concentração não térmica de sucos de frutas. A OR é um processo de separação por membrana acionado por pressão (20 a 100 bar), com tamanho de poro inferior a 1 nm e peso de corte molecular inferior a 200, limitada pela pressão osmótica do produto que aumenta com o aumento da concentração (Bhattacharjee, Saxena and Dutta, 2017). Essa tecnologia é eficaz para remover compostos orgânicos com baixo peso molecular e baixa concentração de soluções aquosas em diferentes campos, incluindo processamento de suco de frutas e vegetais (Weten e Khoiruddin, 2016), podendo efetivamente dobrar a capacidade operacional e melhorar as características de cor e sabor quando comparada com a evaporação térmica e / ou a concentração por congelamento (Girard e Fukumoto, 2000).

A maioria dos sistemas de OR industriais são grandes processos de várias etapas, nos quais toda a alimentação é concentrada em uma única passagem (Al-Obaidi et al., 2017). Destani et al. (2020) descrevem uma planta de bancada de laboratório de OR composta por um painel de controle, um tanque de alimentação com camisa cilíndrica construído em aço inoxidável, uma bomba de êmbolo de alimentação com acionamento por correia, dois manômetros, um medidor de vazão digital, um termômetro colocado dentro do tanque de alimentação e um alojamento cilíndrico capaz de acomodar um módulo de membrana espiralada (Figura 4). O ajuste da pressão operacional e da vazão de alimentação foi feito pelo controle de rotação da bomba simultaneamente através de um inversor de frequência e uma válvula de agulha. A temperatura de operação foi controlada pela circulação de um fluido de aquecimento ou de um líquido de arrefecimento através da camisa do tanque. A permeabilidade à água de cada membrana foi obtida como a inclinação da linha reta resultante da plotagem do fluxo de água versus a pressão transmembranar aplicada.

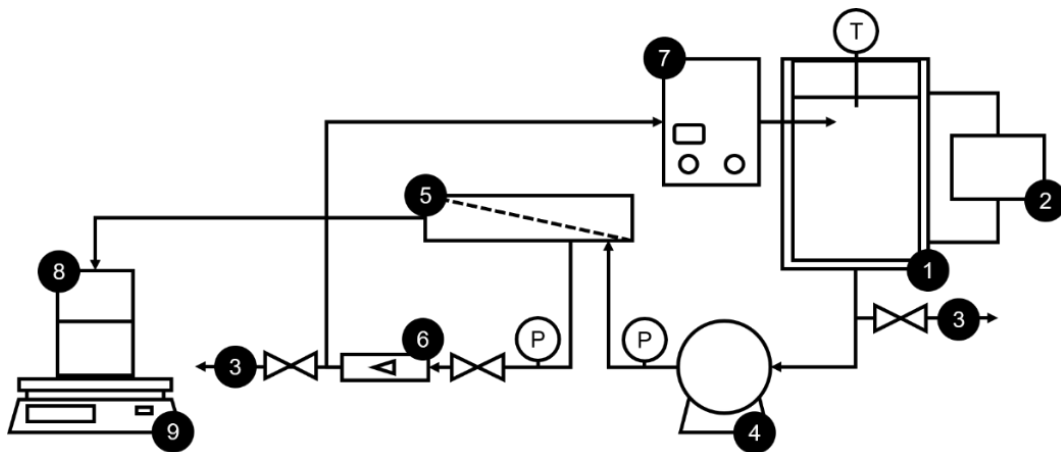


Figura 4. Diagrama esquemático do sistema de osmose reversa laboratorial. 1: tanque de alimentação; 2: reservatório de resfriamento; 3: torneira de descarga; 4: bomba de alimentação; 5: módulo de membrana; 6: medidor de vazão digital; 7: painel de controle; 8: tanque de permeado; 9: balança digital.

Fonte: Adaptado de Destani et al. (2020).

A retenção de constituintes do suco, principalmente os compostos responsáveis por sabor e aroma, e o fluxo do permeado, em relação ao desempenho da OR, são dois fatores principais, relacionados ao tipo de membrana e às condições operacionais utilizadas durante o processo (Destani et al., 2020). No entanto, há uma necessidade de evitar fenômenos de incrustação, um grande desafio que compromete o desempenho e a vida útil geral das membranas de OR (Reis et al., 2016). Na indústria de suco de frutas, a OR é geralmente considerada como uma técnica de pré-concentração que permite uma concentração de suco de cerca de 30 °Brix correspondente a pressões osmóticas de cerca de 50 bar (Cassano, Conidi e Drioli, 2011).

A técnica de OR tem sido empregada na remoção de álcool de diferentes bebidas fermentadas, incluindo o vinho (Gil et al., 2013), mas também tem outras aplicações. Na Tabela 4 são mostrados resultados publicados sobre o uso da osmose reversa em sucos de frutas, vinhos, leite e outros materiais vegetais.

A OR, além de sua utilização para concentração e dessalinização de água, é uma alternativa promissora para a desalcoolização, pois pode remover o álcool sob temperatura amena e, portanto, preservar o sabor e os componentes nutritivos das bebidas desalcoolizadas.

Tabela 4. Aplicações da osmose reversa em processamento de alimentos.

Tipo de alimento	Objetivo	Conclusão	Referência
Água potável	Determinar o potencial de crescimento de <i>L. pneumophila</i> na água potável e compará-la às águas subterrâneas tratadas convencionalmente	A água tratada por OR apresentou potencial de crescimento de <i>L. pneumophila</i> e de formação de biofilme inferiores à água tratada convencionalmente	Learbuch et al. (2019)
Vinho de arroz (takju)	Preparar takju com baixo teor alcoólico	A OR foi apropriada para obtenção de takju desalcolizado (0,04-0,28%), mas a amostra obtida era pobre em compostos voláteis e valor nutricional	Kim et al. (2019a)
Suco de romã	Implementar a ativação de plasma de nitrogênio de baixa pressão (PNBP) para melhorar o desempenho das membranas comerciais de poliamida	Foi observado um aumento no fluxo de água da membrana modificada, promovendo um conteúdo de sólidos solúveis mais alto, possibilitando economia de tempo de 30% durante o processo de destilação osmótica adicional	Bagci et al. (2019)
Queijo coalho	Otimizar a utilização de leite desnatado concentrado por OR para melhorar a coagulação e as propriedades de fabricação de queijo	A concentração por OR induziu um aumento no tempo de coagulação e na taxa de endurecimento máximo do gel (9% de proteína), aumentando a mineralização de cálcio das micelas de caseína, o rendimento, a umidade e o teor de lactose no queijo	Dussault-Chouinard, Britten e Poillot (2019)

Vinhos Cabernet Sauvignon	Investigar as mudanças nos perfis químicos e sensoriais de cinco vinhos Cabernet Sauvignon após sua desalcoolização parcial	O tratamento não afetou significativamente o aroma e o sabor do vinho, o que foi consistente com as mudanças composicionais relativamente pequenas observadas entre os vinhos antes e após a desalcoolização parcial	Pham et al. (2020)
Suco de laranja	Analisar o potencial de membranas de OR na recuperação e concentração de compostos aromáticos de correntes de condensado do evaporador do suco	Altos valores de retenção para compostos aromáticos (>80%) foram medidos para todas as membranas de OR utilizadas	Destani et al. (2020)
Leite	Investigar o potencial de diferentes configurações de processo para a concentração de leite por OR e destilação por membrana com espaçamento de ar (DMEA)	A configuração ideal do processo de concentração de leite começa com a OR até a concentração máxima possível de 18% de sólidos, seguida pela DMEA até a concentração final de 50% de sólidos	Moejes et al. (2020)
Xarope de bordo	Desenvolver um modelo para minimizar o consumo de energia e o custo de energia para concentrar a seiva de bordo	Para produzir xarope com o menor custo possível de energia, a seiva deve primeiro ser concentrada em 32% de teor de sólidos a uma pressão operacional de 50 bar	Weaver et al. (2020)

2.5. Osmose direta

Nas últimas décadas a osmose direta (OD) tem sido reconhecida como uma alternativa potencial aos processos de desidratação térmica (Gwak, Kim e Hong, 2018) podendo ser usada no processamento de soluções de alimentação de alta viscosidade (Wang et al., 2017), evitando algumas das armadilhas de outros processos de membrana. Essa tecnologia utiliza diferença de pressão osmótica entre duas soluções para conduzir a água através de uma membrana semipermeável (Cath, Childress e Elimelech, 2006), sendo capaz de concentrar compostos bioativos termolábeis através de uma membrana semipermeável não porosa sem sujar a membrana e nem deteriorar o composto bioativo (Raghavarao et al. 2005; Babu et al. 2006).

O uso da solução de tração de alta pressão osmótica é uma característica exclusiva da OD em comparação com o processo de membrana acionado por pressão, como osmose reversa e nanofiltração (Chekli et al., 2012). Ambrosi et al. (2020) descrevem uma unidade de escala de bancada de OD, apresentada na Figura 5. A unidade compreende um módulo de membrana de chapa plana, uma bomba peristáltica com duas cabeças de bomba, dois recipientes isolados, para soluções de alimentação e extração, com controle de temperatura e um agitador magnético. Uma balança e um medidor de condutividade foram utilizados para monitorar o ganho de massa da solução de extração e a condutividade elétrica da solução de alimentação, respectivamente. O procedimento descrito foi realizado no modo de diafiltração descontínua, entrelaçando a concentração e as etapas de diluição. Essa estratégia manteria um gradiente de baixa concentração do soluto de extração e um gradiente de alta concentração do etanol entre a alimentação e a solução osmótica. Para manter a pressão osmótica da solução de extração constante ao longo do experimento, uma solução estoque é adicionada ao tanque de solução de extração no início de cada estágio de concentração.

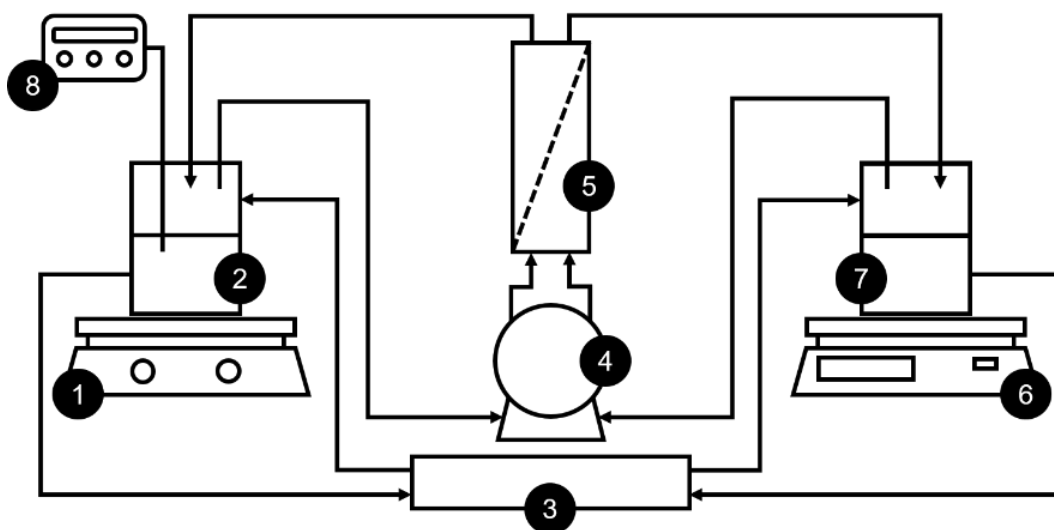


Figura 5. Representação esquemática da unidade de osmose direta em escala de bancada. 1: agitador magnético; 2: recipiente da solução de alimentação; 3: banho termostático; 4: bomba peristáltica; 5: módulo de membrana; 6: balança; 7: recipiente da solução de extração; 8: medidor de condutividade.

Fonte: Adaptado de Ambrosi et al. (2020).

As vantagens da OD são o maior fluxo e taxa de concentração, com requerimentos mínimos de incrustação e energia, temperatura ambiente e baixa pressão de operação (Nayak e Rastogi, 2010; An et al., 2019). A falta de pressão hidráulica apresenta vantagens ao simplificar o design da membrana, módulo e sistema, enquanto a tendência de incrustação relativamente baixa resulta em incrustações principalmente reversíveis em condições amenas (Cath, Childress e Elimelech, 2006; Li et al., 2015b). A incrustação mais baixa combinada com a capacidade de usar forças motrizes excepcionalmente altas com soluções de extração de alta concentração resultam em uma estabilidade de fluxo maior, tornando a OD adequada para extrair água de soluções com alto teor de sólidos solúveis, como alimentos líquidos (Siddiqui et al., 2018; Rastogi, 2018).

Tabela 5. Aplicações da osmose direta em processamento de alimentos.

Tipo de alimento	Objetivo	Conclusão	Referência
Caldo de cana	Concentrar sacarose do caldo	A OD demonstrou uma concentração eficiente do caldo de cana, alcançando uma concentração de sacarose de até 4 vezes à temperatura ambiente no modo de recirculação, com menos de 3% de perda de sacarose	Mondal et al. (2015)
Extarto de repolho roxo	Integrar a extração aquosa bifásica com processos de membrana para concentração de antocianinas	A densidade da cor aumentou de 0,6 para 14,56 e a estabilidade das antocianinas (em relação ao pH e temperatura) foi maior no caso do processo que integrada a extração aquosa em duas fases com a OD	Jampani e Raghavarao (2015)
Suco de jabuticaba	Avaliar o processo de OD para concentração do suco	A OD preservou o teor de antocianina e suas propriedades antioxidantes, embora tenha sido observado transporte de sódio no suco reconstituído	Sant'Anna et al. (2016)
Extrato de pêra de cacto	Avaliar a tecnologia de membrana para a concentração de pigmento betacianina empregando OD	A OD se mostrou adequada para a concentração de betacianina usando membrana de acetato de celulose	Ravichandran e Ekambaram (2018)

Suco de maçã	Investigar um processo integrado de destilação por membrana de OD para concentração de suco	O processo aplicado se mostrou sustentável, com escala promissora e aplicações práticas, não apenas para a concentração de suco, mas também para o processamento de outros alimentos e a concentração de biomoléculas	An et al. (2019)
Suco de toranja	Avaliar o desempenho da OD para concentração de suco	A concentração do suco por OD foi bem-sucedida utilizando a membrana de composto de filme fino, com uma taxa de concentração estável e baixa permeabilidade ao sal	Kim et al. (2019b)
Clara de ovo líquida	Avaliar o desempenho da OD para concentração de clara de ovo líquida	A OD apresentou desempenho promissor para a concentração não térmica de clara de ovo líquido, o que é uma questão difícil na indústria de alimentos	Pei et al. (2020)
Cerveja	Avaliar o uso da OD para desalcoolizar uma cerveja tradicional	A OD pode ser uma alternativa para reduzir o teor de etanol de soluções aquosas, como bebidas e caldos de fermentação	Ambrosi et al. (2020)

Atualmente, a OD tem sido trabalhada como uma tecnologia de membrana emergente para a concentração de suco de frutas (Nayak e Rastogi, 2010). Na Tabela 5 são mostrados resultados publicados sobre o uso da osmose direta em sucos de frutas, cerveja, ovos e outros materiais vegetais. Embora a OD tenha muitas vantagens, trata-se um processo de diluição e a falta de tecnologia adequada para reconcentrar a solução de extração limita sua aplicação generalizada. Para obter um fluxo de água estável, é essencial fornecer uma concentração constante da solução de extração durante o processo de OD.

3. Crioconcentração

A crioconcentração, também chamada de concentração por congelamento, é uma tecnologia não térmica emergente e de de baixo impacto ambiental (Orellana-Palma, González e Petzold, 2019). O processo consiste em duas etapas: congelar total ou parcialmente a amostra líquida para posterior separação da fração de gelo do concentrado. Sob essa condição, ao congelar uma amostra, os solutos são rejeitados da fase de gelo e se acumulam na interface sólido-líquido (Petzold et al., 2017).

Diferentes técnicas de crioconcentração estão disponíveis, tais como: cristalização por suspensão, crioconcentração progressiva, crioconcentração eutética ou por superfície raspada, crioconcentração por refrigeração direcional ou de filme em queda e crioconcentração de blocos (Aider e Halleux, 2009). A crioconcentração em bloco é uma tecnologia alternativa de baixo custo e baixa complexidade (Adorno et al., 2016) baseada na aplicação de temperaturas abaixo do ponto de congelamento da água para formar cristais de água pura, concentrando assim os solutos (Aider e Halleux, 2009).

Moreno et al. (2014) descrevem um sistema de crioconcentração em blocos mostrado na Figura 6. Nesse sistema, a amostra é colocada em um recipiente cilíndrico. O recipiente é um dispositivo de camisa dupla para o fluxo de fluidos de refrigeração e aquecimento. O fluido de resfriamento/aquecimento é uma mistura de etileno glicol e água (53% p / p) proveniente de dois banhos circulados. O fluido de troca de calor é bombeado para as camisas através de um sistema de dutos e válvulas. Depois que o fluido atinge a temperatura, ele é

circulado pelas camisas para congelar a solução no interior. A transferência de calor ocorre na direção radial da parede interna (para congelamento paralelo ao descongelamento) ou da parede externa (para congelamento em contrafluxo ao descongelamento). Quando a amostra é congelada e a temperatura é aproximadamente constante, o estágio de descongelamento é iniciado bombeando o fluido de aquecimento através da camisa externa. A válvula de saída é aberta e a fração líquida é separada em um recipiente coletor em uma balança.

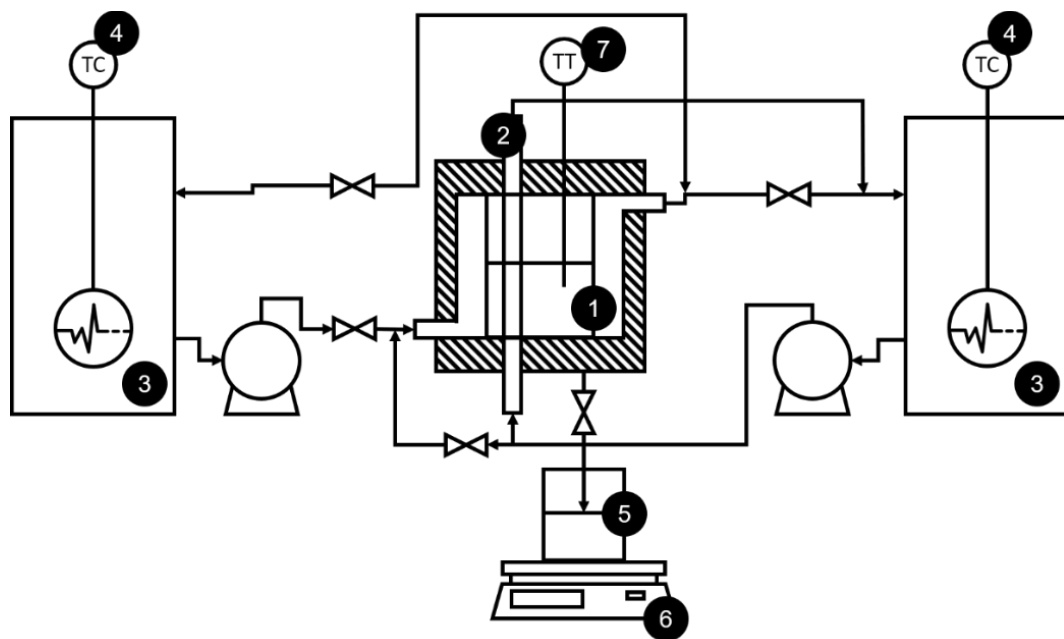


Figura 6. Instalação experimental para a crioconcentração em bloco. 1: recipiente cilíndrico para a amostra; 2: camisa interna; 3: banhos circulados; 4: dutos e válvulas; 5: vaso coletor; 6: balança; 7: sensor de temperatura.

Fonte: Adaptado de Moreno et al. (2014).

A etapa final da crioconcentração é realizada através do descongelamento passivo, mas a eficiência geral da separação é relativamente baixa. Portanto técnicas assistidas, como agitação, ultrassom, vácuo ou centrifugação, foram acopladas ao sistema para melhorar alguns parâmetros do processo como eficiência, rendimento de soluto e porcentagem de concentrado (Orellana-Palma, González e Petzold, 2019). Assim, a crioconcentração assistida por técnicas de descongelamento é um processo eficaz que tem sido aplicada a diferentes amostras de líquidos congelados. Na Tabela 6 são apresentados estudos publicados sobre sua aplicação.

Tabela 6. Aplicações da crioc Concentração em processamento de alimentos.

Tipo de alimento	Objetivo	Conclusão	Referência
Água	Investigar o grau de concentração de proteínas solúveis em água e determinar se o método é útil para separar proteínas do flúor	O método de crioc Concentração pode ser usado para concentrar soluções de proteínas, mesmo aquelas com flúor	Qi et al. (2017)
Polpa de morango	Avaliar o uso de polpa de morango concentrada para melhorar os compostos fenólicos em iogurtes e investigar suas propriedades microbiológicas, físicas e químicas	O uso de crioc Concentrado de morango mostrou-se uma excelente alternativa para a produção de uma bebida láctea com alta qualidade nutricional	Jaster et al. (2018)
Extrato de couve	Concentrar o extrato de couve para aprimorar filmes finos biofotovoltaicos e sensíveis ao pH	O extrato obtido apresentou excelente estabilidade fotoquímica e eletroquímica podendo ser usado para desenvolver biotecnologias	Demirbas et al. (2018)
Suco de romã	Incorporar compostos bioativos do suco crioc Concentrado em fatias de maçã	A desidratação osmótica assistida por vácuo de pulso e aquecimento ôhmico usando um suco crioc Concentrado mostrou-se uma técnica combinada útil para adquirir amostras vegetais enriquecidas com compostos bioativos	Guerra-Valle et al. (2018)

Suco de maçã	Produzir um concentrado de alta qualidade, com potencial uso pela indústria de alimentos, preservando os compostos fenólicos e a atividade antioxidante	Os níveis de compostos fenólicos e a atividade antioxidante <i>in vitro</i> foram preservados, permitindo o uso dessa tecnologia em aplicações promissoras	Zielinski et al. (2019)
Suco de laranja	Avaliar a melhoria da crioconcentração centrífuga pela recuperação das frações de gelo	As amostras de recuperação de gelo aumentam a eficiência geral da técnica de crioconcentração centrífuga aplicada	Orellana-Palma, González e Petzold (2019)
Suco de batata	Avaliar o efeito de métodos de tratamento selecionados sobre as atividades antioxidantes e citotóxicas dos resíduos obtidos como subproduto da produção de amido de batata	A crioconcentração não afetou a atividade citotóxica do suco em nenhuma das linhas celulares utilizadas nos testes, mas afetou as propriedades antioxidantes e o conteúdo de glicocalcólides	Kowalczewski et al. (2019)
Suco de maçã	Avaliar o efeito do crioconcentração centrífuga em bloco na proteção de valiosos atributos de qualidade	Os parâmetros físico-químicos, compostos bioativos, atividade antioxidante, perfil volátil e propriedades sensoriais foram preservados	Orellana-Palma et al. (2020)

Podemos observar nas publicações que a crioconcentração pode ser empregada como uma poderosa técnica de concentração, tipicamente usando ciclos consecutivos com alta eficiência de separação e qualidade da fração concentrada.

4. Considerações finais

A crescente demanda pela substituição da evaporação na indústria de alimentos incentiva a busca contínua por técnicas convenientes de concentração. Existem tecnologias emergentes que podem ser usadas para melhorar a concentração de alimentos, a fim de aumentar sua eficácia. Várias tecnologias de membrana foram estudadas recentemente para a concentração de bioativos em bebidas como sucos de frutas. Os processos de membrana incluem nanofiltração, ultrafiltração, microfiltração, osmose reversa e osmose direta, e suas aplicações foram relatada na literatura. Entre os sistemas de membrana, a nanofiltração, ultrafiltração e microfiltração são processos de peneiração molecular e utilizados principalmente para a clarificação de sucos na indústria de alimentos. O uso de osmose, reversa e direta, na concentração de alimentos líquidos é muito promissor, assim com sua utilização para desalcoolização de bebidas e dessalinização de água. Já a crioconcentração pode ser usada para concentrar compostos bioativos em sucos e extratos. A pesquisa bibliográfica demonstrou que muitas tecnologias emergentes podem ser usadas para concentrar compostos bioativos aprimorando a funcionalidade dos alimentos líquidos.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoa de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro na execução deste trabalho.

Referências

- Abd-Razak, N. H., Chew, Y. M. J., Bird, M. R., 2019. Membrane fouling during the fractionation of phytosterols isolated from orange juice. *Food and Bioproducts Processing*, 113, 10-21.
- Acosta, O., Vaillant, F., Perez, A. M., Dornier, M., 2017. Concentration of polyphenolic compounds in blackberry (*Rubus adenotrichos schlttdl.*) juice by nanofiltration. *Journal of Food Process Engineering*, 40 (12343), 1-7.
- Adorno, W. T., Rezzadori, K., Arend, G. D., Chaves, V. C., Reginatto, F. H., Di Luccio, M., Petrus, J. C. C., 2016. Enhancement of phenolic compounds content and antioxidant activity of strawberry (*Fragaria x ananassa*) juice by block freeze concentration technology. *International Journal of Food Science and Technology*, 52 (3), 781-787.
- Aider, M., Halleux, D., 2009. Cryoconcentration technology in the bio-food industry: principles and applications. *LWT - Food Science and Technology*, 42 (3), 679-685.
- Al-Obaidi, M.A., Kara- Zaitri, C., Mujtaba, I.M., 2017. Optimum design of a multi-stage reverse osmosis process for the production of highly concentrated apple juice. *Journal of Food Engineering*, 214, 47–59.
- Ambrosi, A., Motke, M. B., Souza-Silva, E. A., Zini, C. A., McCutcheon, J. R., Cardozo, N. S. M., Tessaro, I. C., 2020. Beer dealcoholization by forward osmosis diafiltration. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 63 (102371).
- Amran, N. A., Samsuri, S., Safiei, N. Z., Zakaria, Z. Y., Jusoh, M., 2016. Parametric study on the performance of progressive cryoconcentration system. *Journal Chemical Engineering Communications*, 203 (7), 957-975.
- An, X., Hu, Y., Wang, N., Zhou, Z., Liu, Z., 2019. Continuous juice concentration by integrating forward osmosis with membrane distillation using potassium sorbate preservative as a draw solute. *Journal of Membrane Science*, 573, 192-199.
- Arend, G. D., Adorno, W. T., Rezzadori, K., Di Luccio, M., Chaves, V. C., Reginatto, F. H., Petrus, J. C. C., 2017. Concentration of phenolic compounds from strawberry (*Fragaria X ananassa Duch*) juice by nanofiltration membrane. *Journal of Food Engineering*, 201, 36-41.
- Assawarachan, R., Noomhorm, A., 2010. Changes in color and rheological behavior of pineapple concentrate through various evaporation methods. *International Journal of Agricultural and Biological Engineering*, 3 (1), 74-84.

- Babu, B. R., Rastogi, N. K., Raghavarao, K. S. M. S., 2006. Effect of process parameters on transmembrane flux during direct osmosis. *Journal of Membrane Science*, 280 (1), 185-194.
- Bagci, P. O., Akbas, M., Gulec, H. A., Bagci, U., 2019. Coupling reverse osmosis and osmotic distillation for clarified pomegranate juice concentration: Use of plasma modified reverse osmosis membranes for improved performance. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 52, 213-220.
- Bhattacharjee, C., Saxena, V. K., Dutta, S., 2017. Fruit juice processing using membrane technology: A review. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 43, 136-153.
- Bhattacharjee, C., Saxena, V. K., Dutta, S., 2018. Analysis of fouling and juice quality in crossflow ultrafiltration of watermelon juice. *Food Science and Technology, Campinas*, 38 (1), 71-76.
- Cai, M., Xie, C., Lv, Y., Yang, K., Sun, P. 2020. Changes in physicochemical profiles and quality of apple juice treated by ultrafiltration and during its storage. *Food Science and Nutrition*, 8, 2913-2919.
- Cassano, A., Conidi, C., Drioli, E., 2011. Clarification and concentration of pomegranate juice (*Punica granatum L.*) using membrane processes. *Journal of Food Engineering*, 107 (3-4), 366-373.
- Castro-Muñoz, R., Conidi, C., Cassano, A., 2018. Membrane-based technologies for meeting the recovery of biologically active compounds from foods and their byproducts. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 22, 1-22.
- Castro-Muñoz, R., Fíla, V., 2018. Membrane-based technologies as an emerging tool for separating high added-value compounds from natural products. *Trends in Food Science and Technology*, 82, 8-20.
- Cath, T. Y., Childress, A. E., Elimelech, M., 2006. Forward osmosis: Principles, applications, and recent developments. *Journal of Membrane Science*, 281, 70-87.
- Chakraborty, S., Uppaluri, R., Das, C., 2020. Combinatorial optimality of membrane morphology and feedstock during microfiltration of bottle gourd juice. *Innovate Food Science and Emerging Technologies*, 63 (102382).
- Chekli, L., Phuntsho, S., Shon, H. K., Vigneswaran, S., Kandasamy, J., Chanan, A., 2012. A review of draw solutes in forward osmosis process and their use in modern applications. *Desalination and Water Treatment*, 43 (1–3), 167-184.
- Colantuono, A., Vitaglione, P., Manzo, N., Blaiotta, G., Montefusco, I., Marrazzo, A., Pizzolongo, F., Romano, R., 2018. Evaluation of microfiltration and heat treatment on the microbiological characteristics, phenolic composition and volatile compound profile of pomegranate (*Punica granatum L.*) juice. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 98, 3324-3332.

- Conidi, C., Cassano, A., Caiazzo, F., Drioli, E., 2017. Separation and purification of phenolic compounds from pomegranate juice by ultrafiltration and nanofiltration membranes. *Journal of Food Engineering*, 195, 1–13.
- De Oliveira, R. C., Docê, R. C., De Barros, S. T. D., 2012. Clarification of passion fruit juice by microfiltration: Analyses of operating parameters, study of membrane fouling and juice quality. *Journal of Food Engineering*, 111, 432–439.
- Demirbas, A., Groszman, K., Pazmiño-Hernandez, M., Vanegas, D. C., Welt, B., Hondred, J. A., Garland, N. T., Claussen, J. C., McLamore, E. S., 2018. Cryoconcentration of flavonoid extract for enhanced biophotovoltaics and pH sensitive thin films. *Biotechnology Progress*, 34 (1), 206-217.
- Destani, F., Naccarato, A., Tagarelli, A., Cassano, A., 2020. Recovery of aromatics from orange juice evaporator condensate streams by reverse osmosis. *Membranes*, 10, 92.
- Dussaoult-Chouinard, I., Britten, M., Pouliot, Y., 2019. Improving rennet coagulation and cheesemaking properties of reverse osmosis skim milk concentrates by pH adjustment. *International Dairy Journal*, 95, 6-14.
- Faneer, K. A., Rohani, R., Mohammad, A. W., Ba-Abbad, M. M., 2017. Evaluation of the operating parameters for the separation of xylitol from a mixed sugar solution by using a polyethersulfone nanofiltration membrane. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 34 (11), 2944-2957.
- Ghosh, P., Garg, S., Mohanty, I., Sahoo, D., Pradhan, R. C., 2019. Comparison and storage study of ultra-filtered clarified jamun (*Syzygium cumini*) juice. *Journal of Food Science and Technology*, 56 (4), 1877-1889.
- Gil, M., Estevez, S, Kontoudakis, N, Fort, F, Canals, J. M., Zamora, F., 2013. Influence of partial dealcoholization by reverse osmosis on red wine composition and sensory characteristics. *European Food Research and Technology*, 237, 481-488.
- Girard, B., Fukumoto, L. R., 2000. Membrane processing of fruit juices and beverages: A review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 40 (2), 91–157.
- Guerra-Valle, M. E., Moreno, J., Lillo-Pérez, S., Petzold, G., Simpson, R., Nuñez, H., 2018. Enrichment of apple slices with bioactive compounds from pomegranate cryoconcentrated juice as an osmodehydration agent. *Journal of Food Quality*, (7241981), 9p.
- Gulec, H. A., Bagci, P. O., Bagci, U. 2018. Performance enhancement of ultrafiltration in apple juice clarification via low-pressure oxygen plasma: A comparative evaluation versus pre-flocculation treatment. *LWT - Food Science and Technology*, 91, 511–517.

- Guo, H., Li, Z., Huang, J., Zhou, R., Wu, C., Jin, Y., 2020. Microfiltration of soy sauce: efficiency, resistance and fouling mechanism at different operating stages. *Separation and Purification Technology*, 240 (116656).
- Guo, S., Luo, J., Wu, Y., Qi, B., Chen, X., Wan, Y., 2018. Separation and purification technology decoloration of sugarcane molasses by tight ultra filtration: filtration behavior and fouling control. *Separation and Purification Technology*, 204, 66-74.
- Gwak, G., Kim, D. I., Hong, S., 2018. New industrial application of forward osmosis (FO): precious metal recovery from printed circuit board (PCB) plant wastewater. *Journal of Membrane Science*, 552, 234-242.
- Hansen, S. F., Hogan, S. A., Tobin, J., Rasmussen, J. T., Larsen, L. B., Wiking, L., 2020. Microfiltration of raw milk for production of high-purity milk fat globule membrane material. *Journal of Food Engineering*, 276 (109887).
- Ilame, S. A., Singh, S. V., 2015. Application of membrane separation in fruit and vegetable juice processing: a review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 55, 964-987.
- Ilame, S. A., Singh, S. V., 2018. Physico-chemical properties of ultrafiltered kinnow (mandarin) fruit juice. *Journal of Food Science and Technology*, 55 (6), 2189-2196.
- Jampani, C., Raghavarao, K. S. M. S., 2015. Process integration for purification and concentration of red cabbage (*Brassica oleracea L.*) anthocyanins. *Separation and Purification Technology*, 141, 10-16.
- Jaster, H., Arend, G. D., Rezzadori, K., Chaves, V. C., Reginatto, F. H., Petrus, J. C. C., 2018. Enhancement of antioxidant activity and physicochemical properties of yogurt enriched with concentrated strawberry pulp obtained by block freeze concentration. *Food Research International*, 104, 119-125.
- Julian, H., Yaohanny, F., Devina, A., Purwadi, R., Wenten, I. G., 2020. Apple juice concentration using submerged direct contact membrane distillation (SDCMD). *Journal of Food Engineering*, 202 (109807).
- Jusoh, M., Yunus, R. M., Hassan, M. A. A., 2009. Development of a new crystallisation chamber for a progressive freeze concentration system. *Recent Advances in Technologies*, 33, 587-600.
- Keshani, S., Chuah, L., Nourouzi, M. M., Russly, A. R., Jamilah, B., 2010. Optimization of concentration process on pomelo fruit juice using response surface methodology (RSM). *International Food Research Journal*, 17, 733-742.
- Khemakhem, I., Gargouri, O. D., Dhouib, A., Ayadi, M. A., Bouaziz, M., 2017. Oleuropein rich extract from olive leaves by combining microfiltration, ultrafiltration and nanofiltration. *Separation and Purification Technology*, 172, 310-317.

- Kim, D. I., Gwark, G., Zhan, Min, Hong, S., 2019b. Sustainable dewatering of grapefruit juice through forward osmosis: Improving membrane performance, fouling control, and product quality. *Journal of Membrane Science*, 578, 53-60.
- Kim, I., Dhungana, S. K., Park, Y., Kim, J., Shin, D., 2019a. Dealcoholization of Korean traditional rice wine, takju, combining thermal, bentonite clarification or reverse osmosis treatment. *Food Science and Biotechnology*, 28 (5), 1421-1431.
- Kowalczewski, P. L., Olejnik, A., Bialas, W., Kubiak, P., Siger, A., Nowicki, M., Lewandowicz, G., 2019. Effect of thermal processing on antioxidant activity and cytotoxicity of waste potato juice. *Open Life Science*, 14, 150-157.
- Learbuch, K. L. G., Lut, M. C., Liu, G., Smidt, H., van der Wielen, P. W. J. J., 2019. Legionella growth potential of drinking water produced by a reverse osmosis pilot plant. *Water Research*, 157, 55-63.
- Li, W., Ling, G., Lei, F., Li, N., Peng, W., Li, K., Lu, H., Hang, F., Zhang, Y., 2018a. Ceramic membrane fouling and cleaning during ultrafiltration of limed sugarcane juice. *Separation and Purification*, 190, 9-24.
- Li, C., Ma, Y., Li, H., Peng, G., 2018b. Concentration of polyphenolic compounds from grape seed by nanofiltration technology. *International Journal of Food Engineering*, 20170286, 1-11.
- Li, C., Ma, Y., Li, H., Peng, G., 2019b. Exploring the nanofiltration mass transfer characteristic and concentrate process of procyanidins from grape juice. *Food Science and Nutrition*, 7, 1884-1890.
- Li, F., Yan, H., Li, W., Zhao, J., Ming, J., 2019a. A comparative study of the effects of ultrafiltration membranes and storage on phytochemical and color properties of mulberry juice. *Journal of Food Science*, 84 (12), 3565-3572.
- Li, Y., Qi, B., Luo, J., Khan, R., Wan, Y., 2015a. Separation and concentration of hydroxycinnamic acids in alkaline hydrolyzate from rice straw by nanofiltration. *Separation and Purification Technology*, 149, 315-321.
- Li, Y., Shahbazi, A., 2006. Lactic acid recovery from cheese whey fermentation broth using combined ultrafiltration and nanofiltration membranes. In: *Twenty-Seventh Symposium on Biotechnology for Fuels and Chemicals*. Humana Press, pp. 985–996.
- Li, Z. Y., Valladares Linares, R., Bucs, S., Aubry, C., Ghaffour, N., Vrouwenvelder, J. S., Amy, G., 2015b. Calcium carbonate scaling in seawater desalination by ammonia–carbon dioxide forward osmosis: Mechanism and implications. *Journal of Membrane Science*, 481, 36–43.
- Lim, J., Scholes, C. A., Dumée, L. F., Kentish, S. E., 2014. Nanofiltration for the concentration of heat stable salts prior to sea water reclamation. *International Journal of Greenhouse Gas Control*, 30, 34-41.

- Lima, E. M. F., Madalão, M. C. M., Berincá, D. B., Saraiva, P. I., Silva, S. H., 2019. Effect of encapsulating agent and drying air temperature on the characteristics of microcapsules of anthocyanins and polyphenols from juçara (*Euterpe edulis Martius*). *International Food Research Journal*, 26 (2), 607-617.
- Loizzo, M. R., Sicari, V., Tundis, R., Leporini, M., Falco, T., Calabrò, V., 2019. The influence of ultrafiltration of *Citrus limon L. Burm. Cv Femminello Comune* juice on its chemical composition and antioxidant and hypoglycemic properties. *Antioxidants*, 8 (23), 1-10.
- Maher, A., Sadeghi, M., Moheb, A., 2014. Heavy metal elimination from drinking water using nanofiltration membrane technology and process optimization using response surface methodology. *Desalination*. 352, 166-173.
- Mirsaeedghazi, H., Emam-Djomeh, Z., Mousavi, S. M., Aroujalian, A., Navidbakhsh, M., 2010. Clarification of pomegranate juice by microfiltration with pvdf membranes. *Desalination*, 264, 243-248.
- Moejes, S. N., van Wonderen, G. J., Bitter, J. H., van Boxtel, A. J. B., 2020. Assessment of air gap membrane distillation for milk concentration. *Journal of Membrane Science*, 594 (117403).
- Mohammad, A. W., Ng, C. Y., Lim, Y. P., Ng, G. H., 2012. Ultrafiltration in food processing industry: review on application, membrane fouling, and fouling control. *Food and Bioprocess Technology*, 5 (4), 1143-1156.
- Mondal, D., Nataraj, S. K., Reddy, A. V. R., Ghara, K. K., Maiti, P., Upadhyay, S. C., Ghosh, P. K., 2015. Four-fold concentration of sucrose in sugarcane juice through energy efficient forward osmosis using sea bitters as draw solution. *RSC Advances*, 5, 17872-17878.
- Moreno, F. L., Raventós, M., Hernández, E., Ruiz, Y., 2014. Block freeze-concentration of coffee extract: Effect of freezing and thawing stages on solute recovery and bioactive compounds. *Journal of Food Engineering*, 120, 158-166.
- Nayak, C. A., Rastogi, N. K., 2010. Forward osmosis for the concentration of anthocyanin from *Garcinia indica* Choisy. *Separation and Purification Technology*, 71 (2), 144-151.
- Nazir, A., Khan, K., Maan, A., Zia, R., Giorno, L., Schroën, K., 2019. Membrane separation technology for the recovery of nutraceuticals from food industrial streams. *Trends in Food Science and Technology*, 86, 426-438.
- Orellana-Palma, P., González, Y., Petzold, G., 2019. Improvement of centrifugal cryoconcentration by ice recovery applied to orange juice. *Chemical Engineering and Technology*, 42 (4), 925-931.
- Orellana-Palma, P., Lazo-Mercado, V., Gianelli, M. P., Hernández, E., Zúñiga, R. N., Petzold, G., 2020. Influence of cryoconcentration on quality attributes

of apple juice (*Malus Domestica* cv. *Red Fuji*). *Applied Sciences*, 10 (3), 959.

- Panigrahi, C., Karmakar, S., Mondal, M., Mishra, H. N., De, S., 2018. Modeling of permeate flux decline and permeation of sucrose during microfiltration of sugarcane juice using a hollow-fiber membrane module. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 49, 92,105.
- Pei, J., Pei, S., Wang, W., Li, S., Youravong, W., Li, Z., 2020. Athermal forward osmosis process for the concentration of liquid egg white: Process performance and improved physicochemical property of protein. *Food Chemistry*, 312 (126032).
- Petzold, G., Orellana, P., Moreno, J., Cuevas, C., 2017. Process parameters of vacuum-assisted freeze concentration. *Chemical Engineering Transactions*, 57, 1789-1794.
- Pham, D., Ristic, R., Stockdale, V. J., Jeffery, D. W., Tuke, J., Wilkinson, K., 2020. Influence of partial dealcoholization on the composition and sensory properties of Cabernet Sauvignon wines. *Food Chemistry*, 325 (126869).
- Qi, X., Xu, J., Zhao, K., Guo, H., Ma, L., 2017. Freeze concentration of proteins in antarctic krill wash water. *Journal of Ocean University of China*, 16 (6), 1109-1114.
- Quist-Jensen, C.A., Macedonio, F., Conidi, C., Cassano, A., Aljlil, S., Alharbi, O., Drioli, E., 2016. Direct contact membrane distillation for the concentration of clarified orange juice. *Journal of Food Engineering*, 187, 37-43.
- Raghavarao, K. S. M. S., Nagaraj, N., Patil, G., 2005. Athermal membrane processes for the concentration of liquid foods and natural colours. In: Sun Da-Wen (ed) *Emerging technologies in food processing*, 2nd ed. Academic Press, Elsevier, London, pp 251-278.
- Rastogi, N. K., 2018. Reverse osmosis and forward osmosis for the concentration of fruit juices. *Fruit Juice*, 241-259.
- Ravichandran, R., Ekambaram, N., 2018. Assessment of factors influencing the concentration of betacyanin from *Opuntia ficus-indica* using forward osmosis. *Journal of Food Science and Technology*, 55 (7), 2361-2369.
- Reis, R., Dumée, L. F., Tardy, B. L., Dagastine, R., Orbell, J. D., Schutz, J. A., Duke, M. C., 2016. Towards enhanced performance thin-film composite membranes via surface plasma modification. *Scientific Reports*, 6 (29206).
- Sant'Anna, V., Gurak, P. D., de Vargas, N. S., da Silva, M. K., Marczak, L. D. F., Tessaro, I. C., 2016. Jaboticaba (*Myrciaria jaboticaba*) juice concentration by forward osmosis. *Separation Science and Technology*, 51 (10), 1708-1715.
- Santos, L. F., Vargas, B. K., Bertol, C. D., Biduski, B., Bertolin, T. E., Santos, L. R., Brião, V. B., 2020. Clarification and concentration of yerba mate extract

by membrane technology to increase shelflife. *Food and Bioproducts Processing*, 122, 22–30.

- Shen, Q., Xu, S., Dong, Z., Zhang, H., Xu, Z., Tang, C. Y., 2020. Polyethyleneimine modified carbohydrate doped thin film composite nanofiltration membrane for purification of drinking water. *Journal of Membrane Science*, 610 (118220).
- Shi, C., Rackemann, D.W., Moghaddam, L., Wei, B., Li, K., Lu, H., Xie, C., Hang, F., Doherty, W.O.S., 2019. Ceramic membrane filtration of factory sugarcane juice: effect of pretreatment on permeate flux, juice quality and fouling. *Journal of Food Engineering*, 243, 101–113.
- Shon, H. K., Phuntsho, S., Chaudhary, D. S., Vigneswaran, S., Cho, J., 2013. Nanofiltration for water and wastewater treatment - a mini review. *Drinking Water Engineering and Science*, 6, 47-53.
- Siddiqui, F. A., She, Q., Fane, A. G., Field, R. W., 2018. Exploring the differences between forward osmosis and reverse osmosis fouling. *Journal of Membrane Science*, 565, 241-253.
- Soodam, K., Guinee, T. P., 2018. The case for milk protein standardisation using membrane filtration for improving cheese consistency and quality. *International Journal of Dairy Technology*, 71, 277-291.
- Souto, K. M., Silva, A., Silva, A. A., Carvalho, L. H., Costa, A. C. F. M., Lira, H. L., 2005. Classificação de membranas cerâmicas e poliméricas quanto à faixa de porosidade utilizando um sistema de separação óleo/água em escala de laboratório. *Revista Máteria*, 10 (3), 437-446.
- Uyttebroek, M., Vandezande, P., Van Dael, M., Vloemans, S., Noten, B., Bongers, B., Porto-Carrero, W., Unamunzaga, M. M., Bulut, M., Lemmens, B., 2018. Concentration of phenolic compounds from apple pomace extracts by nanofiltration at lab and pilot scale with a techno-economic assessment. *Journal of Food Process Engineering*. 41 (12629), 1-10.
- Vieira, A. H., Balthazar, C. F., Guimaraes, J. T., Rocha, R. S., Pagani, M. M., Esmerino, E. A., Silva, M. C., Raices, R. S. L., Tonon, R. V., Cabral, L. M. C., Walter, E. H. M., Freitas, M. Q., Cruz, A. G., 2020. Advantages of microfiltration processing of goat whey orange juice beverage. *Food Research International*, 132 (109060).
- Vu, T., LeBlanc, J., Chou, C. C., 2020. Clarification of sugarcane juice by ultrafiltration membrane: toward the direct production of refined cane sugar. *Journal of Food Engineering*, 264 (109682).
- Wang, F., Owusu-Fordjour, M., Xu, L., Ding, Z., Gu, Z., 2020. Immobilization of laccase on magnetic chelator nanoparticles for apple juice clarification in magnetically stabilized fluidized bed. *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology*, 8 (589).

- Wang, Y. N., Wang, R., Li, W., Tang, C. Y., 2017. Whey recovery using forward osmosis – Evaluating the factors limiting the flux performance. *Journal of Membrane Science*, 533, 179-189.
- Weaver, N. J., Wilkin, G. S., Morison, K. R., Watson, M. J., 2020. Minimizing the energy requirements for the production of maple syrup. *Journal of Food Engineering*, 273 (109823).
- Wenten I. G., Khoiruddin, 2016. Reverse osmosis applications: Prospect and challenges. *Desalination* ,391, 112-125.
- Xiong, Q., Liu, J., Liu, M. Shen, C., Yu, X., Wu, C., Huang, J., Zhou, R., Jin, Y., 2020. Fouling analysis and permeate quality evaluation of mulberry wine in microfiltration process. *The Royal Society of Chemistry*, 10, 655-665.
- Yilmaz, E., Bagci, P. O., 2019. Ultrafiltration of broccoli juice using polyethersulfone membrane: fouling analysis and evaluation of the juice quality. *Food and Bioprocess Technology*, 12, 1273-1283.
- Zhao, D. J., Lau, E., Huang, S., Moraru, C. I., 2015. The effect of apple cider characteristics and membrane pore size on membrane fouling. *LWT-Food Science and Technology*, 64 (2), 974-979.
- Zielinski, A. A. F., Zardo, D. M., Alberti, A., Bortolini, D. G., Benvenuti, L., Demiate, I. M., Nogueira, A., 2019. Effect of cryoconcentration process on phenolic compounds and antioxidant activity in apple juice. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 99, 2786–2792.

3. ARTIGOS ORIGINAIS

Otimização do processo de crioconcentração centrífuga em múltiplos estágios aplicado a extratos de malte

Magno Fonseca Santos^{a*}, Lucas Matins da Silva^a, Júlia Almeida de Abreu Moraes^a, Antonio Manoel Maradini Filho^a, Sérgio Henriques Saraiva^a, Luciano José Quintão Teixeira^a

^a Departamento de Engenharia de Alimentos, Centro de Ciências Agrárias e Engenharias, Universidade Federal do Espírito Santo, Alto Universitário; s/n, 29500-000, Alegre, ES, Brasil. E-mails: magnofsantos@hotmail.com, lucasmartinsdasilvalms@gmail.com, julia.abreumoraes14@gmail.com, antoniomaradinifilho@yahoo.com, sergiohsaraiva@gmail.com, luqteixeira@yahoo.com.br

* Autor correspondente: Departamento de Engenharia de Alimentos, Centro de Ciências Agrárias e Engenharias, Universidade Federal do Espírito Santo, Alto Universitário; s/n, 29500-000, Alegre, ES, Brasil. E-mail: magnofsantos@hotmail.com

Resumo

A crioconcentração consiste em congelar total ou parcialmente a solução alimentar líquida para posterior separação da fração de gelo do líquido. Este trabalho foca na otimização da temperatura de congelamento (T) e do tempo de centrifugação (t) no processo de crioconcentração centrífuga em dois ciclos consecutivos (1 e 2) e um gelo recirculado (R1) aplicado aos extratos de malte Pilsen (EMP) e torrado (EMT). Para determinar a eficácia dessa tecnologia, foram examinadas a concentração de sólidos (CS), a eficiência de concentração (η) e a porcentagem de concentrado (PC). As melhores respostas foram obtidas em: -28,6 °C e 9,45 min para EMP-1; -23,4 °C e 9,41 min para EMP-2; -23,8 °C e 10,88 min para EMP-R1; -30,0 °C e 10,73 min para EMT-1; -21,2 °C e 8,01 min para EMT-2; -27,7 °C e 9,09 min para EMT-R1. Os resultados mostraram que a

combinação de temperatura de congelamento e tempo de centrifugação otimizados, resultaram em condições mais eficientes para cada ciclo da crioconcentração centrífuga para EMP e EMT.

Palavras-chave: Concentração por congelamento, função desejabilidade, metodologia de superfície de resposta, técnicas de concentração.

Abreviações: T: temperatura de congelamento; t: tempo de centrifugação; EMP: extrato de malte Pilsen; EMT: extrato de malte torrado; R1: gelo recirculado; CS: concentração de sólidos; η : eficiência de concentração; PC: porcentagem de concentrado.

Destaques

1. A crioconcentração é uma tecnologia utilizada para concentrar alimentos líquidos mantendo seus nutrientes.
2. A crioconcentração em bloco baseia-se na remoção de cristais de gelo que se formam através do congelamento da água, aumentando o teor de sólidos.
3. A crioconcentração assistida por centrifugação, aproveita a matriz congelada formada por veias entre os cristais de gelo que ocluem a solução concentrada.
4. A crioconcentração usando ciclos consecutivos, apresenta alta eficiência de separação e qualidade da fração concentrada.

1. Introdução

O processo de concentração é comumente utilizado pela indústria de alimentos líquidos, como a de extratos de malte, para facilitar e garantir a preservação, reduzir os custos de transporte e armazenamento e preservar compostos valiosos (Zielinski et al., 2018; Julian et al., 2020). Essa tecnologia tem como principal objetivo remover água e aumentar o teor de sólidos para prolongar a vida útil, promovendo a estabilidade microbiana (Orellana-Palma, González e Petzold, 2019).

Existem vários métodos para a concentração: alta temperatura (evaporação), osmose reversa (ou outra tecnologia de membrana) e crioconcentração (Safari e Varaminian, 2019). A evaporação é a operação unitária mais aplicada a alimentos líquidos, mas pode promover um efeito de dano térmico afetando diretamente sabor, aroma e cor. Processos que envolvem membranas são caros, requerem o uso de instrumentos complexos e geram uma baixa concentração de soluto, com exceção da osmose direta. Já a crioconcentração é um processo alternativo caracterizado por baixas temperaturas que geram um concentrado de alta qualidade (Amran et al., 2016; Zielinski et al., 2018).

A crioconcentração, ou concentração por congelamento, é uma técnica, não térmica emergente e de baixo impacto ambiental, relativamente nova, que promove a concentração de alimentos líquidos congelando a água e separando a fração do concentrado líquido (Zielinski et al., 2018; Orellana-Palma, González e Petzold, 2019; Hernao-Ardila et al., 2019). Sob essa condição, ao congelar uma amostra, os solutos são rejeitados da fase de gelo e se acumulam na interface sólido-líquido (Petzold et al., 2017).

Diferentes técnicas de crioconcentração estão disponíveis, tais como: cristalização por suspensão, crioconcentração progressiva, crioconcentração eutética, crioconcentração por refrigeração direcional ou de filme em queda e crioconcentração em blocos (Aider e Halleux, 2009). A crioconcentração em bloco é a mais comum, a mais simples e com o custo aparentemente menor que as demais (Adorno et al., 2016; Zielinski et al., 2018). A técnica utiliza três etapas: congelamento completo, descongelamento parcial e separação. Uma solução líquida é completamente congelada, em seguida o bloco de gelo é parcialmente descongelado e, finalmente, o concentrado é separado da fração de gelo (Orellana-Palma et al., 2020). A segunda etapa é realizada através do descongelamento passivo, mas a eficiência geral da separação é relativamente baixa. Portanto técnicas assistidas, como agitação, ultrassom, vácuo ou centrifugação, foram acopladas ao sistema para melhorar alguns parâmetros do processo como eficiência, rendimento de soluto e porcentagem de concentrado (Orellana-Palma, González e Petzold, 2019).

O uso da centrifugação permite a recuperação acelerada dos solutos através da aplicação de força centrífuga e aumenta a eficiência da

crioconcentração em blocos (Zielinski et al., 2018). O processo aproveita a matriz congelada formada por veias entre os cristais de gelo que ocluem a solução concentrada (Zielinski et al., 2018; Orellana-Palma, González e Petzold, 2019), sendo uma alternativa interessante e de baixo custo à técnica assistida.

Alguns autores tem estudado a aplicação da crioconcentração centrífuga em bloco em amostras de líquidos congelados, como suco de laranja (Orellana-Palma et al., 2017a; Orellana-Palma, González e Petzold, 2019), suco de romã (Guerra-Valle et al., 2018), água salobra (Luo, Chen e Han, 2010), suco de maçã (Zielinski et al., 2018; Orellana-Palma et al., 2020), sucos de mirtilo e abacaxi (Petzold et al., 2015) polpa de morango (Jaster et al., 2018) extrato de café (Moreno et al., 2014) e proteínas (Virgen-Ortíz et al., 2013). Desta forma, o emprego dessa técnica de concentração, tipicamente utilizando ciclos consecutivos, gera alta eficiência de separação e qualidade da fração concentrada (Orellana-Palma, González e Petzold, 2019).

A crioconcentração centrífuga em bloco foca na obtenção da fração concentrada, descartando a fração de gelo, e conseqüentemente, nas vantagens de se recuperar o concentrado entre os cristais de gelo em cada ciclo (Orellana-Palma, González e Petzold, 2019). Assim, existem desafios que devem ser superados nessa tecnologia em termos de recuperação de solutos na fração de gelo. O objetivo deste trabalho foi otimizar a temperatura de congelamento e o tempo de centrifugação no processo de crioconcentração centrífuga em dois ciclos consecutivos e um gelo recirculado, aplicado aos extratos de malte Pilsen e torrado.

2. Material e métodos

2.1. Material

2.1.1. Mosto de malte

Os mostos de malte de cevada claro e escuro, foram produzidos no decorrer deste projeto seguindo a metodologia adaptada de Brunelli, Mansano e Venturini Filho (2014). Foram utilizadas duas fontes de maltes (malte claro tipo

Pilsen e malte escuro tipo torrado), que foram adquiridos em sites de empresas especializadas em produtos cervejeiros.

2.2. Métodos

2.2.1. Planejamento experimental

Todos os experimentos foram realizados no Centro de Ciências Agrárias e Engenharias da Universidade Federal do Espírito Santo Campus Alegre (CCAUE-UFES). Neste projeto foi utilizado o delineamento composto central rotacional (DCCR) para otimização dos parâmetros temperatura de congelamento e tempo de centrifugação do processo de crioconcentração centrífuga. Uma vez que o DCCR consistiu em dois fatores, foi atribuído um valor $\alpha = 1,41$ (Montgomery e Runger, 2011).

Os níveis das variáveis independentes utilizadas para cada unidade experimental foram escolhidos tendo por base a metodologia de Orellana-Palma et al. (2017a), e são mostrados na Tabela 1.

Tabela 7. Níveis de variáveis independentes para o delineamento composto central rotacional (DCCR).

Variáveis independentes	-1,41	-1,00	0,00	+1,00	+1,41
Temperatura de congelamento (°C)	-30,0	-27,1	-20,0	-12,9	-10,0
Tempo de centrifugação (min)	8,0	8,9	11,0	13,1	14,0

Para duas variáveis independentes, este delineamento gera quatro pontos fatoriais, quatro pontos axiais e um ponto central, totalizando 9 tratamentos. Como o ponto central foi realizado em três repetições, foram executados 11 ensaios experimentais, mostrados na Tabela 2.

Tabela 8. Ensaios experimentais para o delineamento composto central rotacional.

Ensaios	Temperatura de congelamento	Tempo de centrifugação
	(°C)	(min)
1	-12,9	13,1
2	-12,9	8,9
3	-27,1	13,1
4	-27,1	8,9
5	-10,0	11,0
6	-30,0	11,0
7	-20,0	14,0
8	-20,0	8,0
9	-20,0	11,0
10	-20,0	11,0
11	-20,0	11,0

Foram realizadas análises de variância da regressão e superfícies de resposta para as variáveis resposta concentração de sólidos (CS), eficiência de concentração (η) e porcentagem de concentrado (PC).

As condições ótimas do experimento para as variáveis resposta foram encontradas utilizando a técnica de otimização simultânea por meio da função desejabilidade. Esta técnica tem a finalidade de encontrar os valores operacionais ótimos que irão satisfazer simultaneamente os requisitos necessários às diferentes variáveis resposta para, assim, otimizar as variáveis temperatura de congelamento (T) e tempo de centrifugação (t) (Derringer e Suich, 1980).

2.2.2. Protocolo experimental da crioconcentração

O protocolo experimental de crioconcentração foi realizado de acordo com a metodologia adaptada de Orellana-Palma et al. (2017a). Uma visão geral do protocolo experimental é exibida na Figura 1.

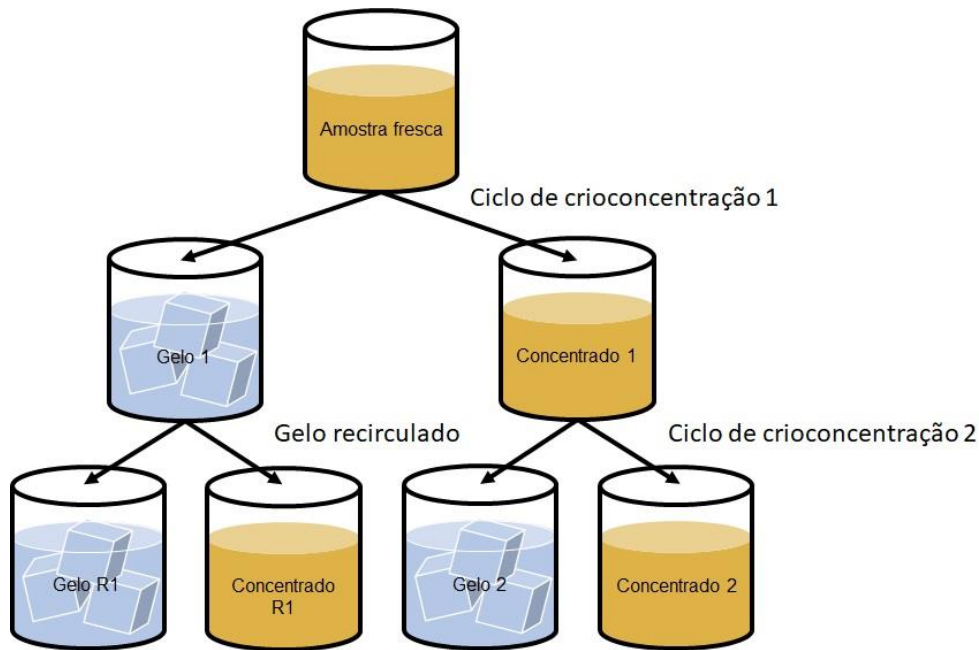


Figura 7. Protocolo experimental usando dois ciclos de crioconcentração e um gelo recirculado.

Fonte: O autor (2020).

Mostos de malte Pilsen e torrado (35 mL) em tubos centrífugos ($D_i = 22$ mm) foram congelados em um freezer horizontal (freezer horizontal, Elcold) seguindo as temperaturas definidas no DCCR por 24 h, e as amostras congeladas foram transferidas para uma centrífuga com um rotor de tubo de 50 mL (Siemensstr.25 D-78564 Wehingen, HERMILE Labortechnik GmbH) a 20 °C. Dois ciclos consecutivos de crioconcentração foram aplicados para obtenção dos extratos de malte concentrados, consecutivamente por tempos também definidos no DCCR a 4000 rpm. Para o gelo recirculado (R1), o processo de centrifugação foi realizado por tempos também definidos no DCCR a 4000 rpm. Foram realizadas três repetições do protocolo de crioconcentração. Os valores médios das determinações instrumentais e analíticas, bem como os parâmetros do processo, foram registrados.

2.2.3. Cálculos dos parâmetros do processo

A concentração de sólidos (CS) foi analisada com um refratômetro digital (MA871 Refractometer, Milwaukee) à temperatura ambiente (aproximadamente

20 °C), com precisão de $\pm 0,1$ °Brix. Todas as análises foram realizadas em triplicata.

A eficiência da concentração (η) representa o aumento da concentração da solução em relação aos sólidos restantes na fração congelada. Esta eficiência foi determinada de acordo com a Equação 1:

$$\eta(\%) = \frac{C_s - C_f}{C_s} \times 100 \quad (1)$$

onde C_s e C_f são os solutos (°Brix) no concentrado e frações de gelo, respectivamente.

A porcentagem de concentrado (PC) representa a fração mássica de solução concentrada que foi obtida em relação a massa inicial. Esta porcentagem foi calculada de acordo com a Equação 2:

$$PC(\%) = \frac{W_0 - W_f}{W_0} \times 100 \quad (2)$$

onde W_0 e W_f são as massas (g) inicial e final da fração de gelo, respectivamente.

3. Resultados e discussão

3.1. Influência dos parâmetros

Primeiramente, foi estudada a influência da temperatura de congelamento e do tempo de centrifugação no primeiro e segundo ciclos de crioconcentração (1 e 2, respectivamente) e no gelo recirculado (R1), para o extrato de malte Pilsen (EMP) e o extrato de malte torrado (EMT). Nas Tabelas 3, 4 e 5 estão apresentados os dados obtidos para o delineamento composto central rotacional (DCCR) para as variáveis dependentes concentração de sólidos (CS), eficiência de concentração (η) e porcentagem de concentrado (PC), respectivamente.

Tabela 9. Concentração de sólidos dos extratos de malte (°Brix), nos dois ciclos de crioconcentração e no gelo recirculado.

Ensaio	EMP-1	EMP-2	EMP-R1	EMT-1	EMT-2	EMT-R1
1	13,26	19,87	4,57	9,27	15,43	2,17
2	14,38	27,43	6,03	11,34	23,20	4,33
3	14,56	22,87	4,80	11,11	20,83	3,30
4	17,93	31,50	8,63	11,42	21,27	6,80
5	16,47	20,47	5,93	10,58	16,83	2,90
6	15,18	27,07	6,87	10,04	21,27	5,53
7	13,16	19,37	3,73	9,48	15,93	2,17
8	16,46	30,37	8,20	12,49	18,33	6,57
9	13,59	24,30	5,07	11,28	20,43	3,50
10	13,53	24,07	5,03	11,37	21,20	3,50
11	13,44	24,43	5,00	11,43	20,47	3,43

* Concentração inicial de sólidos do EMP = 7,1 °Brix; Concentração inicial de sólidos do EMT = 5,8 °Brix.

Tabela 10. Eficiência de concentração dos extratos de malte (%), nos dois ciclos de crioconcentração e no gelo recirculado.

Ensaio	EMP-1	EMP-2	EMP-R1	EMT-1	EMT-2	EMT-R1
1	84,28	75,60	87,56	90,13	88,78	93,70
2	83,5	73,02	82,31	87,49	72,65	79,10
3	80,82	78,89	84,07	85,33	78,08	90,67
4	79,25	69,62	79,56	77,06	66,64	75,48
5	84,69	83,30	96,63	92,95	88,16	94,50
6	83,90	79,08	87,83	77,11	76,12	86,65
7	84,52	85,38	80,37	89,67	85,13	93,69
8	80,71	71,14	79,89	78,19	69,63	76,02
9	82,76	80,12	84,24	85,06	78,43	89,39
10	82,998	80,74	84,74	85,08	77,03	89,56
11	82,88	80,13	84,68	85,68	78,23	89,35

Tabela 11. Porcentagem de concentrado dos extratos de malte (%), nos dois ciclos de crioconcentração e no gelo recirculado.

Ensaio	EMP-1	EMP-2	EMP-R1	EMT-1	EMT-2	EMT-R1
1	45,61	52,14	36,92	53,46	49,42	44,61
2	39,13	34,53	29,57	36,75	30,35	29,42
3	41,19	54,47	42,96	38,35	37,86	36,77
4	28,19	34,65	27,63	27,57	31,02	24,33
5	32,26	74,64	46,23	42,87	47,82	43,79
6	33,56	44,81	31,04	28,15	45,38	34,95
7	46,72	60,07	48,22	54,51	47,94	42,44
8	29,37	34,53	26,20	25,94	23,02	25,80
9	43,40	43,96	38,82	39,59	40,94	38,28
10	43,44	43,62	38,81	38,09	40,99	38,40
11	43,54	43,79	38,68	39,18	40,61	38,18

A partir dos resultados apresentados nas tabelas, foram gerados os modelos ajustados para as variáveis resposta em cada ciclo de cada extrato de malte.

3.1.1. Concentração de sólidos

Os modelos ajustados para a variável concentração de sólidos (CS) do extrato de malte Pilsen (EMP) e do extrato de malte torrado (EMT), bem como seus respectivos coeficientes de determinação (R^2), para o primeiro e segundo ciclos da crioconcentração (1 e 2, respectivamente) e para o gelo recirculado (R1), são apresentados na Tabela 6.

A CS para o EMP-1, EMP-R1 e EMT-1 foi influenciada significativamente ($p \leq 0,05$) pela temperatura de congelamento e pelo tempo de centrifugação. Para o EMP-2 e o EMT-R1, a CS foi influenciada significativamente ($p \leq 0,05$) somente pelo tempo de centrifugação. Para o EMT-2, a CS não sofreu influência significativa ($p > 0,05$) pelo parâmetro analisados.

Tabela 12. Modelos ajustados e coeficientes de determinação (R^2) para a variável dependente concentração de sólidos dos extratos de malte ($^{\circ}\text{Brix}$), nos dois ciclos de crioconcentração e no gelo recirculado.

Ciclo	Modelo ajustado	R^2
EMP-1	$Y = 13,5234 + 0,8366x_1 + 1,0823x_1^2 - 1,1475x_2 + 0,5710x_2^2 - 0,5639x_1x_2$	0,9482
EMP-2	$Y = 24,7030 - 3,9756x_2$	0,7634
EMP-R1	$Y = 36,8254 + 3,1993x_1 + 6,7355x_2 + 1,9984x_1x_2$	0,8877
EMT-1	$Y = 11,2156 + 0,3353x_1 - 0,4464x_1^2 - 0,8318x_2 + 0,4417x_1x_2$	0,9137
EMT-2	-	-
EMT-R1	$Y = 4,0182 - 1,4883x_2$	0,6761

* Temperatura de congelamento = x_1 ; Tempo de centrifugação = x_2 .

Para o EMP-1 (Figura 2A), foi possível observar que maiores valores de CS podem ser obtidos com temperaturas de congelamento mais brandas e menores tempos de centrifugação. Para este ciclo, dentro da região estudada, o modelo prevê um valor máximo de concentração de sólidos de 17,78 $^{\circ}\text{Brix}$, que ocorreu em $x_1 = 1,1314$ e $x_2 = -0,8485$, os quais correspondem a $-12,0^{\circ}\text{C}$ e 9,19 min, respectivamente.

Para o EMP-R1 (Figura 2B), nota-se que maiores valores de CS podem ser obtidos com temperaturas de congelamento mais brandas e baixos tempos de centrifugação. Para este reciclo, dentro da região estudada, o valor máximo previsto pelo modelo foi de 8,28 $^{\circ}\text{Brix}$, que ocorreu em $x_1 = 0,7014$ e $x_2 = -1,2275$, os quais correspondem a $-15,0^{\circ}\text{C}$ e 8,39 min, respectivamente.

Para o EMP-2, pode-se observar pelo modelo ajustado que maiores valores de CS podem ser obtidos com menores tempos de centrifugação, independente da temperatura de congelamento. Para este ciclo, dentro da região estudada, o valor máximo previsto foi de 30,33 $^{\circ}\text{Brix}$, que ocorreu em $x_2 = -1,4142$, que corresponde a 8,00 min.

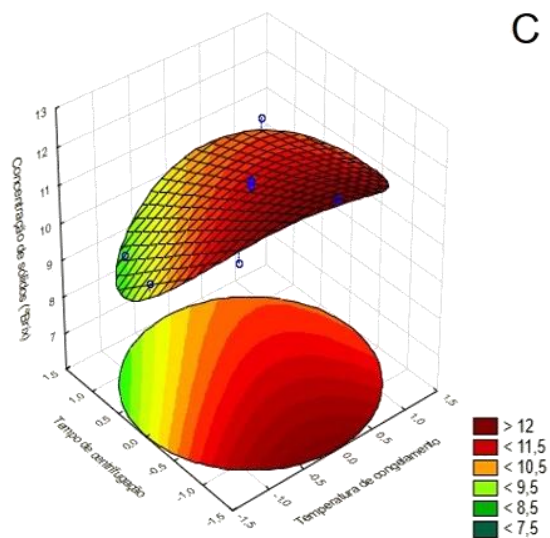
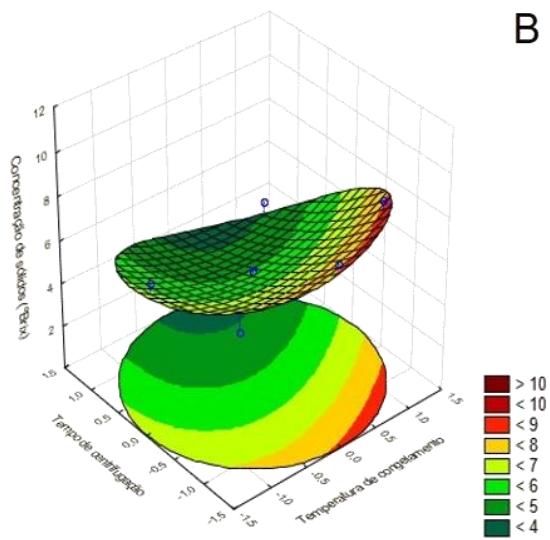
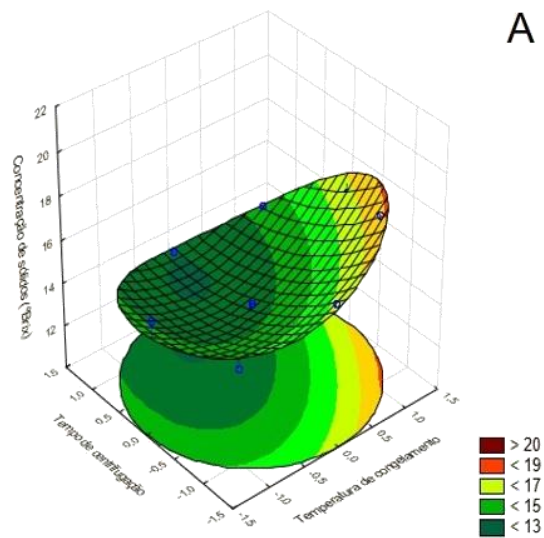


Figura 8. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado da temperatura de congelamento e do tempo de centrifugação na concentração de sólidos para: (A) EMP-1; (B) EMP-R1; (C) EMT-1.

Para o EMT-R1, pode-se observar pelo modelo ajustado que maiores valores de CS podem ser obtidos com menores tempos de centrifugação, independente da temperatura de congelamento. Para este ciclo, dentro da região estudada, o valor máximo previsto foi de 6,12 °Brix, que ocorreu em $x_2 = -1,4142$, que corresponde a 8,00 min.

Os valores máximos previstos pelos modelos apresentaram um aumento de 2,5 e 4,3 vezes na CS para EMP-1 e EMP-2, respectivamente, em comparação com a concentração de sólidos inicial (7,1 °Brix). Já para EMT-1, o valor máximo previsto pelo modelo apresentou um aumento de 2,1 vezes em comparação com a concentração de sólidos inicial (5,8 °Brix).

Tanto o EMP-R1 quanto o EMT-R1 apresentaram valores máximos de CS, previstos pelos modelos, superiores aos iniciais, indicando a importância da recirculação da fração de gelo. Segundo Orellana-Palma, González e Petzold (2019) os ciclos de gelo recirculado claramente melhoram a eficiência geral do processo de crioconcentração assistida por centrifugação em ciclos repetidos, no qual até o presente momento o gelo é descartado.

3.1.2. Eficiência de concentração

O modelo ajustado para a variável eficiência de concentração (η) do extrato de malte Pilsen (EMP) e do extrato de malte torrado (EMT), bem como seu respectivo coeficiente de determinação (R^2), para o primeiro e segundo ciclos da crioconcentração (1 e 2, respectivamente) e para o gelo recirculado (R1), são apresentados na Tabela 7.

A η para EMP-2, EMT-2 e EMT-R1 foi influenciada significativamente ($p \leq 0,05$) pelo tempo de centrifugação, enquanto para EMP-1, EMP-R1 e EMT-1, as variáveis independentes não exerceram influência significativa ($p > 0,05$).

Tabela 13. Modelo ajustado e coeficiente de determinação (R^2) para a variável dependente eficiência de concentração dos extratos de malte (%), nos dois ciclos de crioconcentração e no gelo recirculado.

Ciclo	Modelo ajustado	R^2
EMP-1	-	-
EMP-2	$Y = 79,4656 + 4,0031x_2 - 2,1435x_2^2$	0,6268
EMP-R1	-	-
EMT-1	-	-
EMT-2	$Y = 78,0797 + 6,1974x_2$	0,6093
EMT-R1	$Y = 89,2794 + 6,8595x_2 - 3,0039x_2^2$	0,8734

* Tempo de centrifugação = x_2 .

Para EMP-2, foi possível observar pelo modelo ajustado que maiores valores de η , que independem da temperatura de congelamento, podem ser obtidos com tempos de centrifugação medianos superiores. Para este ciclo, dentro da região estudada, o valor máximo previsto foi de 81,33 %, que ocorreu em $x_2 = 0,9334$, que corresponde a 12,99 min.

Para EMT-2, pode-se observar pelo modelo ajustado que maiores valores de η podem ser obtidos com tempos de centrifugação maiores, independente da temperatura de congelamento. Para este ciclo, dentro da região estudada, o valor máximo previsto foi de 86,84 %, que ocorreu em $x_2 = 1,4100$, que corresponde a 14,00 min.

Para EMT-R1, nota-se pelo modelo ajustado que maiores valores de η , independente da temperatura de congelamento, podem ser obtidos com tempos de centrifugação medianos superiores. Para este reciclo, dentro da região estudada, o valor máximo previsto foi de 93,19 %, que ocorreu em $x_2 = 1,1427$, que corresponde a 13,43 min.

3.1.3. Porcentagem de concentrado

Os modelos ajustados para a variável porcentagem de concentrado (PC) do extrato de malte Pilsen (EMP) e do extrato de malte torrado (EMT), bem como seus respectivos coeficientes de determinação (R^2), para o primeiro e segundo

ciclos da crioconcentração (1 e 2, respectivamente) e para o gelo recirculado (R1), são apresentados na Tabela 8.

A PC foi influenciada significativamente ($p \leq 0,05$) pela temperatura de congelamento e pelo tempo de centrifugação para EMP-1, EMP-2, EMP-R1 e EMT-2. Já para EMT-1 e EMT-R1, a PC foi influenciada significativamente ($p \leq 0,05$) somente pelo tempo de centrifugação.

Tabela 14. Modelos ajustados e coeficientes de determinação (R^2) para a variável dependente porcentagem de concentrado dos extratos de malte (%), nos dois ciclos de crioconcentração e no gelo recirculado.

Ciclo	Modelo ajustado	R^2
EMP-1	$Y = 43,4487 - 2,1556x_1 - 4,5199x_1^2 + 5,5097x_2 - 1,9364x_2^2 + 1,6306x_1x_2$	0,9000
EMP-2	$Y = 43,1991 + 5,5781x_1 + 5,7718x_1^2 + 9,2062x_2$	0,7451
EMP-R1	$Y = 36,8254 + 3,1993x_1 + 6,7355x_2 + 1,9984x_1x_2$	0,8341
EMT-1	$Y = 38,5874 + 8,4982x_2$	0,6483
EMT-2	$Y = 40,8644 + 1,9104x_1^2 + 7,6529x_2 - 3,6834x_2^2 - 3,0590x_1x_2$	0,8959
EMT-R1	$Y = 38,1085 + 6,4072x_2 - 2,7844x_2^2$	0,7855

* Temperatura de congelamento = x_1 ; Tempo de centrifugação = x_2 .

Para EMP-1 (Figura 3A), foi possível observar que maiores valores de PC podem ser obtidos com temperaturas de congelamento medianas e maiores tempos de centrifugação. Para este ciclo, dentro da região estudada, o modelo prevê um valor máximo de porcentagem de concentrado de 47,37 %, que ocorreu em $x_1 = 0,0170$ e $x_2 = 1,4086$, os quais correspondem a $-19,9$ °C e 14,00 min, respectivamente.

Para EMP-2 (Figura 3B), pode-se observar pelo modelo ajustado que maiores valores de PC podem ser obtidos com temperaturas de congelamento mais brandas e tempos de centrifugação medianos superiores. Para este ciclo, dentro da região estudada, o valor máximo previsto foi de 65,32 %, que ocorreu em $x_1 = 1,2954$ e $x_2 = 0,5657$, que correspondem a $-10,8$ °C e 12,20 min, respectivamente.

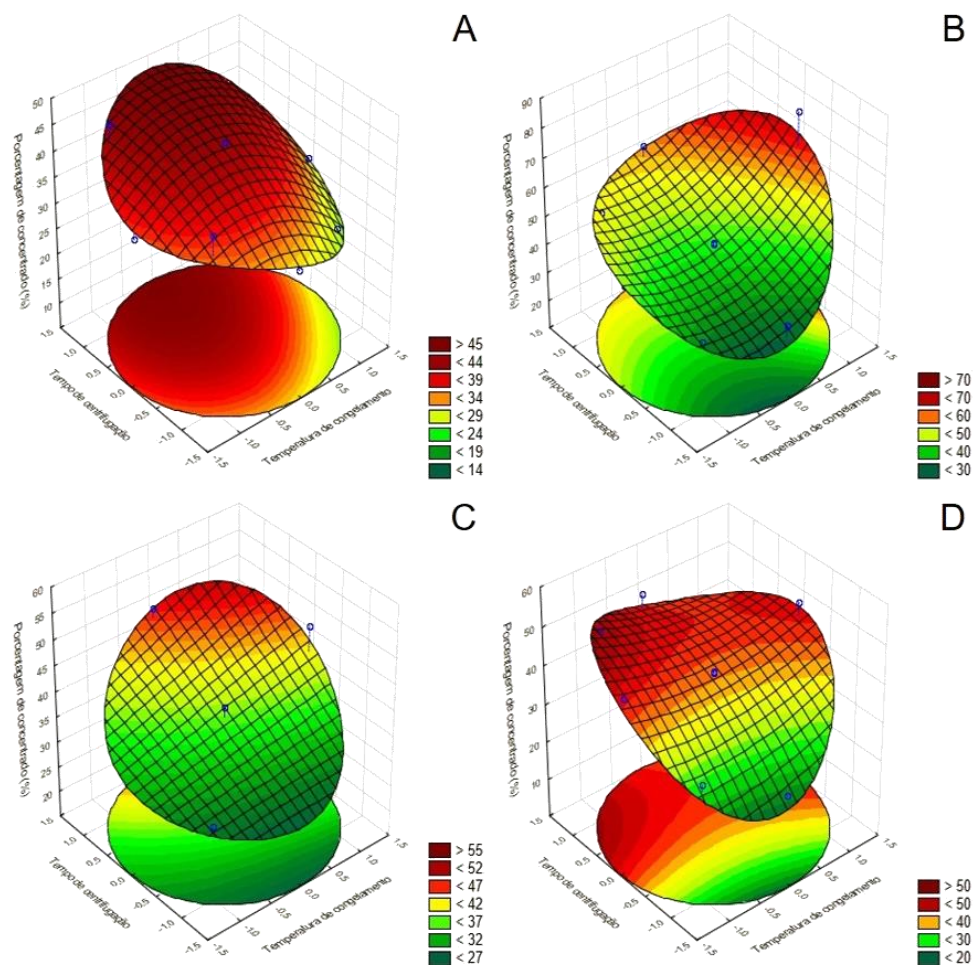


Figura 9. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado da temperatura de congelamento e do tempo de centrifugação na porcentagem de concentrado para: (A) EMP-1; (B) EMP-2; (C) EMP-R1; (D) EMT-2.

Para EMP-R1 (Figura 3C), nota-se que maiores valores de PC podem ser obtidos com temperaturas de congelamento mais brandas e tempos de centrifugação medianos superiores. Para este reciclo, dentro da região estudada, o valor máximo previsto pelo modelo foi de 49,10 %, que ocorreu em $x_1 = 0,7920$ e $x_2 = 1,1710$, os quais correspondem a $-14,4\text{ }^{\circ}\text{C}$ e 13,49 min, respectivamente.

Para EMT-1, foi possível observar pelo modelo ajustado que maiores valores de PC podem ser obtidos com maiores tempos de centrifugação, independente da temperatura. Para este ciclo, dentro da região estudada, o modelo prevê um valor máximo de porcentagem de concentrado de 50,61 %, que ocorreu em $x_2 = 1,4142$, o qual corresponde 14,00 min.

Para EMT-2 (Figura 3D), nota-se que maiores valores de PC podem ser obtidos com temperaturas de congelamento mais intensas e tempos de centrifugação medianos superiores. Para este ciclo, dentro da região estudada, o valor máximo previsto foi de 50,09 %, que ocorreu em $x_1 = -1,1314$ e $x_2 = 0,8485$, que correspondem a $-28,0$ °C e 12,80 min, respectivamente.

Para EMT-R1, pode-se observar que maiores valores de PC independem da temperatura de congelamento, podendo ser obtidos com tempos de centrifugação medianos superiores. Para este ciclo, dentro da região estudada, o valor máximo previsto foi de 41,79 %, que ocorreu em $x_2 = 1,1483$, que corresponde a - 13,44 min.

Os valores máximos previstos pelos modelos para EMP apresentam um aumento progressivo da PC ao longo dos dois ciclos de crioconcentração, enquanto que para EMT, foram bem próximos nos mesmos dois ciclos. No caso do gelo recirculado, foram observados altos valores de PC, sendo o EMP-R1 similar ao EMP-1 enquanto o EMT-R1 foi inferior ao EMT-1.

3.2. Otimização dos parâmetros

Para se obter a desejabilidade global para os ciclos e reciclo de crioconcentração centrífuga, foi necessário calcular previamente as desejabilidades individuais de cada uma das variáveis resposta analisadas e que foram influenciadas significativamente ($p \leq 0,05$) pela temperatura de congelamento e pelo tempo de centrifugação.

3.2.1. Extrato de malte Pilsen

Para as variáveis resposta que se desejam maximizar, o valor alvo (T) considerado foi o valor máximo estimado pelos modelos ajustados dentro do intervalo para as variáveis codificadas de $-1,4142$ a $+1,4142$, testadas para a temperatura de congelamento e tempo de centrifugação e o limite inferior admissível (L) foi o valor mínimo estimado dentro do mesmo intervalo.

Os valores de L e T estabelecidos para as variáveis resposta concentração de sólidos e porcentagem de concentrado no primeiro ciclo de crioconcentração são apresentados na Tabela 9.

Tabela 15. Valores mínimos (L) e alvos (T) estabelecidos para as variáveis respostas analisadas no primeiro ciclo de crioconcentração.

Variáveis resposta	L	T
Concentração de sólidos (°Brix)	12,9272	17,7815
Porcentagem de concentrado (%)	27,5898	47,3686

Tendo escolhidos esses valores limites, foi calculada a desejabilidade global e obtido um gráfico de superfície de resposta (Figura 4A) que apresenta o seu perfil. A desejabilidade máxima foi igual a 0,6048, obtida em valores das variáveis codificadas $x_1 = -1,2106$ e $x_2 = -0,7297$, o que corresponde a um tratamento que utilizaria, respectivamente, $-28,6\text{ }^{\circ}\text{C}$ e 9,45 min. Dentro da região estudada, estes níveis de fatores representam o conjunto de respostas mais satisfatório, sendo possível estabelecer um ponto ótimo do processamento.

Os valores de L e T estabelecidos para as variáveis resposta concentração de sólidos, eficiência de concentração e porcentagem de concentrado no segundo ciclo de crioconcentração são apresentados na Tabela 10.

Tabela 16. Valores mínimos (L) e alvos (T) estabelecidos para as variáveis respostas analisadas no segundo ciclo de crioconcentração.

Variáveis resposta	L	T
Concentração de sólidos (°Brix)	19,0807	30,3253
Eficiência de concentração (%)	69,5173	81,3346
Porcentagem de concentrado (%)	29,3267	65,3187

Tendo escolhidos esses valores limites, foi calculada a desejabilidade global e obtido um gráfico de superfície de resposta (Figura 4B) que apresenta o seu perfil. A desejabilidade máxima foi igual a 0,4671, obtida em valores das variáveis codificadas $x_1 = -0,4808$ e $x_2 = -0,7467$, o que corresponde a um tratamento que utilizaria, respectivamente, $-23,4\text{ }^{\circ}\text{C}$ e 9,41 min. Dentro da região estudada, estes níveis de fatores representam o conjunto de respostas mais satisfatório, sendo possível estabelecer um ponto ótimo do processamento.

Os valores de L e T estabelecidos para as variáveis resposta concentração de sólidos e porcentagem de concentrado no gelo recirculado são apresentados na Tabela 11.

Tabela 17. Valores mínimos (L) e alvos (T) estabelecidos para as variáveis respostas analisadas no gelo recirculado.

Variáveis resposta	L	T
Concentração de sólidos (°Brix)	3,6190	8,2819
Porcentagem de concentrado (%)	27,2902	49,0995

Tendo escolhidos esses valores limites, foi calculada a desejabilidade global e obtido um gráfico de superfície de resposta (Figura 4C) que apresenta o seu perfil. A desejabilidade máxima foi igual a 0,6495, obtida em valores das variáveis codificadas $x_1 = -0,5317$ e $x_2 = -0,0566$, o que corresponde a um tratamento que utilizou, respectivamente, $-23,8\text{ °C}$ e $10,88\text{ min}$. Dentro da região estudada, estes níveis de fatores representam o conjunto de respostas mais satisfatório, sendo possível estabelecer um ponto ótimo do processamento.

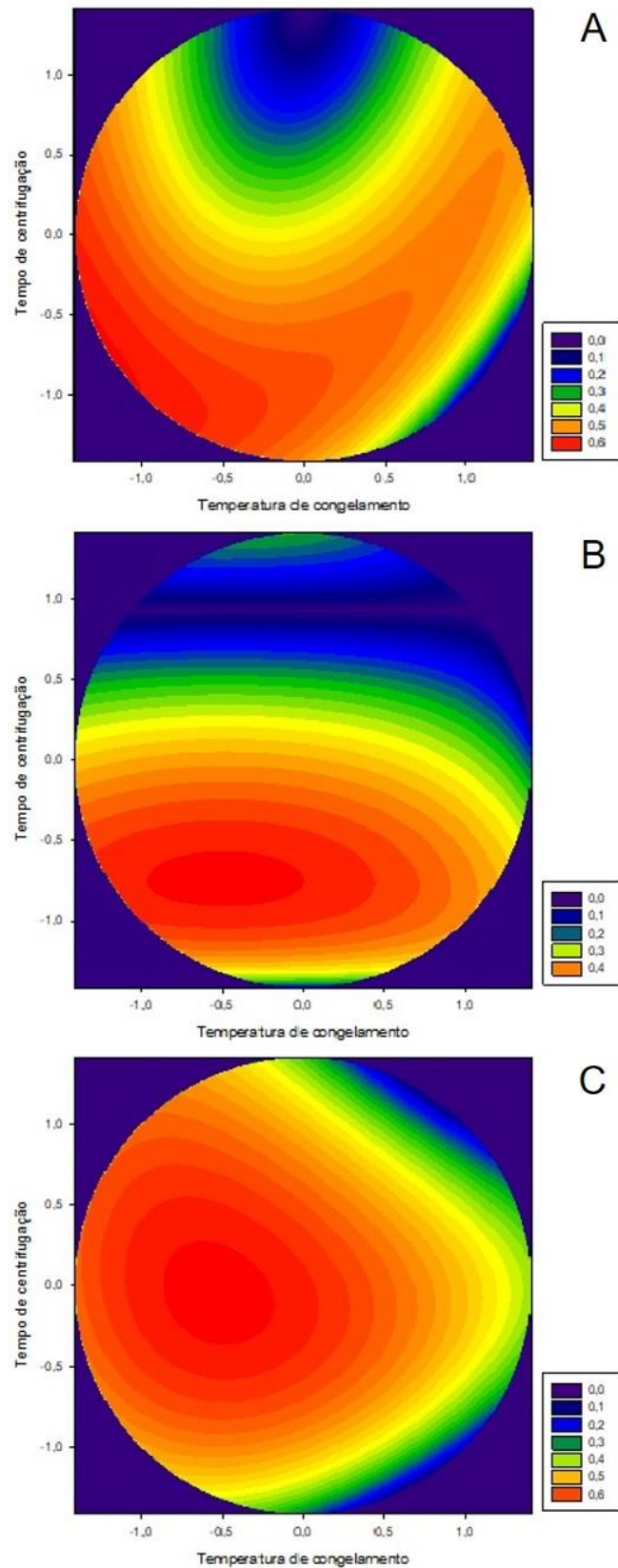


Figura 10. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado da temperatura de congelamento e do tempo de centrifugação na desejabilidade global para: (A) EMP-1; (B) EMP-2; (C) EMP-R1.

3.2.2. Extrato de malte torrado

Para as variáveis que se desejam maximizar, o valor alvo (T) e o limite inferior admissível (L) foram definidos com base nas mesmas premissas citadas no item 3.2.1.

Os valores de L e T estabelecidos para as variáveis resposta concentração de sólidos e porcentagem de concentrado no primeiro ciclo de crioconcentração são apresentados na Tabela 12.

Tabela 18. Valores mínimos (L) e alvos (T) estabelecidos para as variáveis respostas analisadas no primeiro ciclo de crioconcentração.

Variáveis resposta	L	T
Concentração de sólidos (°Brix)	9,1351	12,4187
Porcentagem de concentrado (%)	26,5691	50,6057

Tendo escolhidos esses valores limites, foi calculada a desejabilidade global e obtido um gráfico de superfície de resposta (Figura 5A) que apresenta o seu perfil. A desejabilidade máxima foi igual a 0,6279, obtida em valores das variáveis codificadas $x_1 = -0,4086$ e $x_2 = -0,1244$, o que corresponde a um tratamento que utilizou, respectivamente, $-30,0$ °C e 10,73 min. Dentro da região estudada, estes níveis de fatores representam o conjunto de respostas mais satisfatório, sendo possível estabelecer um ponto ótimo do processamento.

Os valores de L e T estabelecidos para as variáveis resposta eficiência de concentração e porcentagem de concentrado no segundo ciclo de crioconcentração são apresentados na Tabela 13.

Tabela 19. Valores mínimos (L) e alvos (T) estabelecidos para as variáveis respostas analisadas no segundo ciclo de crioconcentração.

Variáveis resposta	L	T
Eficiência de concentração (%)	69,3153	86,8441
Porcentagem de concentrado (%)	22,1405	50,0880

Tendo escolhidos esses valores limites, foi calculada a desejabilidade global e obtido um gráfico de superfície de resposta (Figura 5B) que apresenta

o seu perfil. A desejabilidade máxima foi igual a 0,9972, obtida em valores das variáveis codificadas $x_1 = -0,1754$ e $x_2 = -1,4029$, o que corresponde a um tratamento que utilizou, respectivamente, $-21,2$ °C e 8,01 min. Dentro da região estudada, estes níveis de fatores representam o conjunto de respostas mais satisfatório, sendo possível estabelecer um ponto ótimo do processamento.

Os valores de L e T estabelecidos para as variáveis resposta concentração de sólidos, eficiência de concentração e porcentagem de concentrado no gelo recirculado são apresentados na Tabela 14.

Tabela 20. Valores mínimos (L) e alvos (T) estabelecidos para as variáveis respostas analisadas no gelo recirculado.

Variáveis resposta	L	T
Concentração de sólidos (°Brix)	1,9135	6,1229
Eficiência de concentração (%)	73,5707	93,1954
Porcentagem de concentrado (%)	23,4786	41,7945

Tendo escolhidos esses valores limites, foi calculada a desejabilidade global e obtido um gráfico de superfície de resposta (Figura 5C) que apresenta o seu perfil. A desejabilidade máxima foi igual a 0,4201, obtida em valores das variáveis codificadas $x_1 = -1,0861$ e $x_2 = -0,8994$, o que corresponde a um tratamento que utilizou, respectivamente, $-27,7$ °C e 9,09 min. Dentro da região estudada, estes níveis de fatores representam o conjunto de respostas mais satisfatório, sendo possível estabelecer um ponto ótimo do processamento.

Os valores otimizados para os parâmetros do processo de crioconcentração, de ambos os extratos, diferem dos observados na literatura (Sanchez et al., 2010; Orellana-Palma et al., 2017a). Tempos de centrifugação diferentes podem induzir diferenças no processo de sucção dos solutos (solução concentrada) da fração de gelo por centrifugação. Esse fenômeno pode ser atribuído à centrifugação aplicada a uma amostra congelada, fazendo com que o gelo atue como um sólido poroso através do qual a solução concentrada penetra através dos canais de drenagem entre os cristais de gelo (Petzold et al., 2015; Orellana-Palma et al., 2017a; Orellana-Palma et al., 2017b).

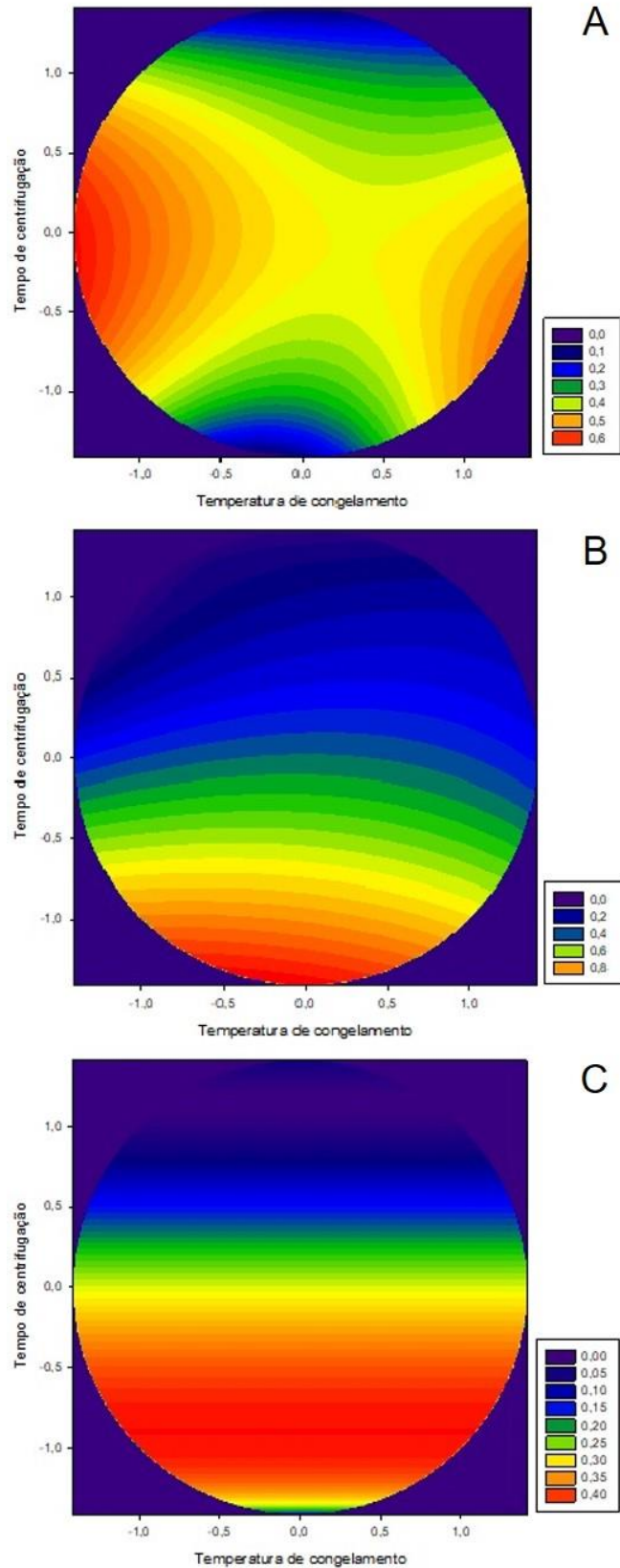


Figura 11. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado da temperatura de congelamento e do tempo de centrifugação na desejabilidade global para: (A) EMT-1; (B) EMT-2; (C) EMT-R1.

3.3. Validação dos parâmetros otimizados

Para a validação, os ciclos (1 e 2) e reciclo (R1) de crioconcentração centrífuga dos extratos de malte pilsen (EMP) e torrado (EMT) foram realizados utilizando cada um dos parâmetros otimizados pela função desejabilidade. Os resultados obtidos foram comparados com os previstos pelos modelos ajustados das variáveis resposta teor de sólidos do concentrado (CS), eficiência de concentração (η) e porcentagem de concentrado (PC).

3.3.1. Extrato de malte Pilsen

Os valores encontrados para a concentração de sólidos (CS) apresentaram resultados similares aos previstos pelos modelos ajustados (Figura 6A). Para EMP-1 e EMP-2 os valores encontrados apresentaram um aumento de 2,2 e 3,6 vezes na CS, respectivamente, em comparação com o inicial ($7,1 \pm 0,2$ °Brix), enquanto o EMP-R1 apresentou uma CS de $5,8 \pm 0,9$ °Brix.

Podemos observar (Figura 6B) que para a eficiência de concentração (η), o valor encontrado para EMP-2 apresentou resultado similar ao previsto pelo modelo ajustado. Foi observado uma diminuição progressiva da η ao longo dos dois ciclos de crioconcentração ($84,10 \pm 2,32$ % para EMP-1 e $75,61 \pm 1,27$ % para EMP-2), e uma alta taxa para o EMP-R1 ($87,41 \pm 0,74$ %), como esperado.

Os valores encontrados para porcentagem de concentrado (PC) apresentaram resultados esperados de acordo com os modelos ajustados (Figura 6C). Foi observado um pequeno aumento da PC ao longo dos dois ciclos de crioconcentração ($41,45 \pm 1,08$ % para EMP-1 e $43,04 \pm 1,03$ % para EMP-2), enquanto o EMP-R1 apresentou o valor de $36,98 \pm 0,53$ %.

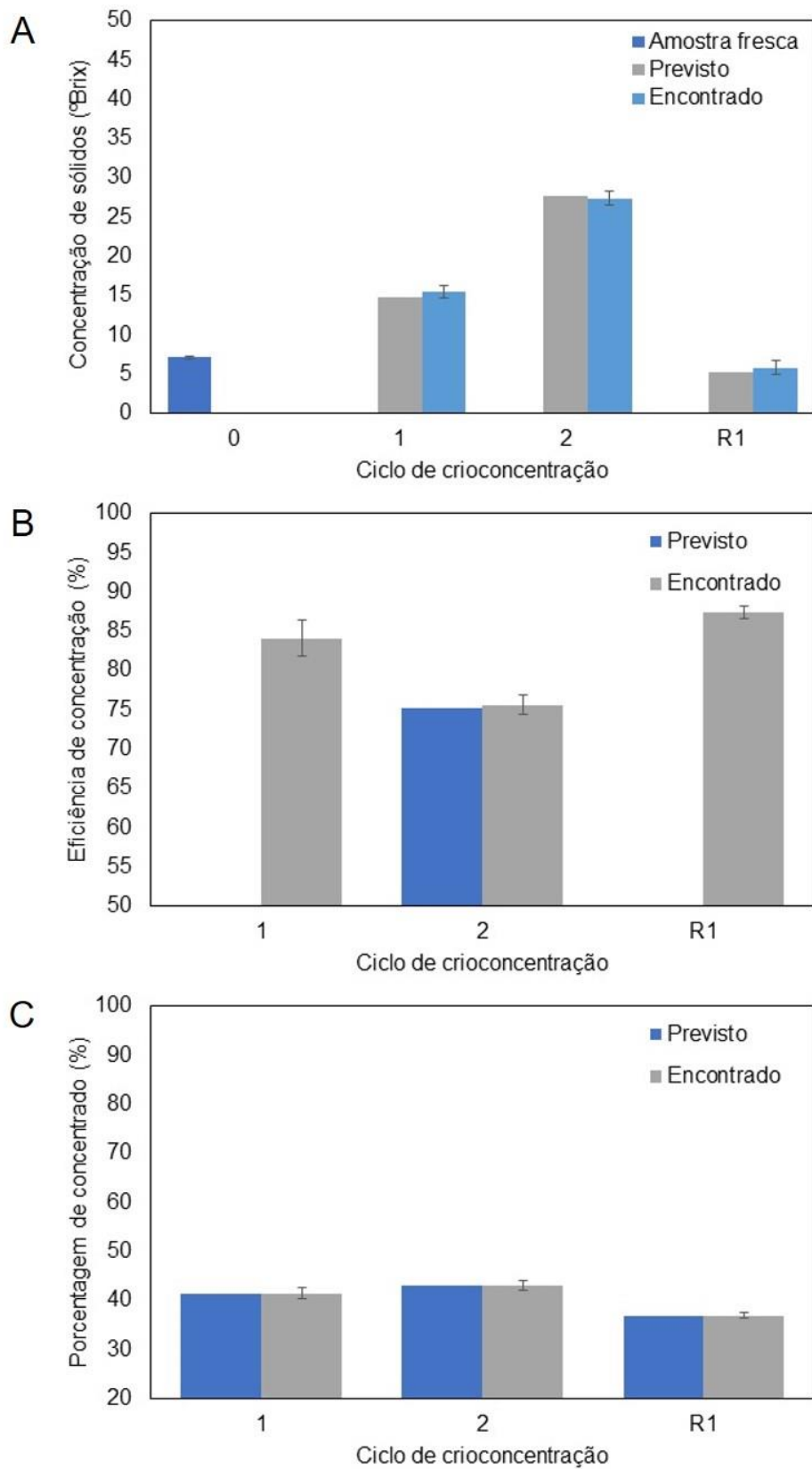


Figura 12. Evolução da concentração de sólidos, eficiência de concentração e porcentagem de concentrado em função dos ciclos de crioconcentração para o extrato de malte pilsen.

3.3.2. Extrato de malte torrado

Os valores encontrados para a concentração de sólidos (CS) apresentaram resultados similares aos previstos pelos modelos ajustados (Figura 7A). Para EMT-1 e EMT-2 os valores encontrados apresentaram um aumento de 1,8 e 3,2 vezes na CS em comparação com o inicial ($5,8 \pm 0,1$ °Brix), enquanto o EMT-R1, apresentou um CS similar ao inicial ($5,3 \pm 0,1$ °Brix).

Podemos observar (Figura 7B) que para a eficiência de concentração (η), os valores encontrados para EMT-2 e EMT-R1 apresentaram resultados similares aos previstos pelos modelos ajustados (Figura 7B). Foi observado uma diminuição progressiva ao longo dos dois ciclos de crioconcentração ($84,71 \pm 1,46$ % para EMT-1 e $70,57 \pm 1,42$ % para EMT-2), enquanto o EMT-R1 apresentou um valor de η de $76,75 \pm 1,13$ %.

Os valores encontrados para a porcentagem de concentrado (PC) apresentaram resultados esperados de acordo com os modelos ajustados (Figura 7C). Foi observado um pequeno aumento da PC ao longo dos dois ciclos de crioconcentração ($38,75 \pm 1,16$ % para EMT-1 e $40,98 \pm 1,38$ % para EMT-2), enquanto o EMT-R1 apresentou o valor de $36,51 \pm 0,36$ %.

A concentração inicial em cada ciclo de crioconcentração explicou a diminuição progressiva da eficiência, pois, à medida que a concentração aumentava, a fase líquida apresentava alta viscosidade e, portanto, ficou mais difícil extrair o soluto da fração de gelo para os dois extratos de malte. Portanto, esse parâmetro do processo depende da viscosidade da solução inicial, ou seja, existe uma relação inversa entre eficiência e conteúdo de soluto (Adorno et al., 2016).

Os resultados obtidos para a porcentagem de concentrado podem ser explicados uma vez que a PC é diretamente proporcional a concentração inicial de sólidos da amostra crioconcentrada. Portanto, conforme aumentam os ciclos de crioconcentração e a concentração de sólidos, espera-se que a PC também aumente (Orellana-Palma et al., 2017a).

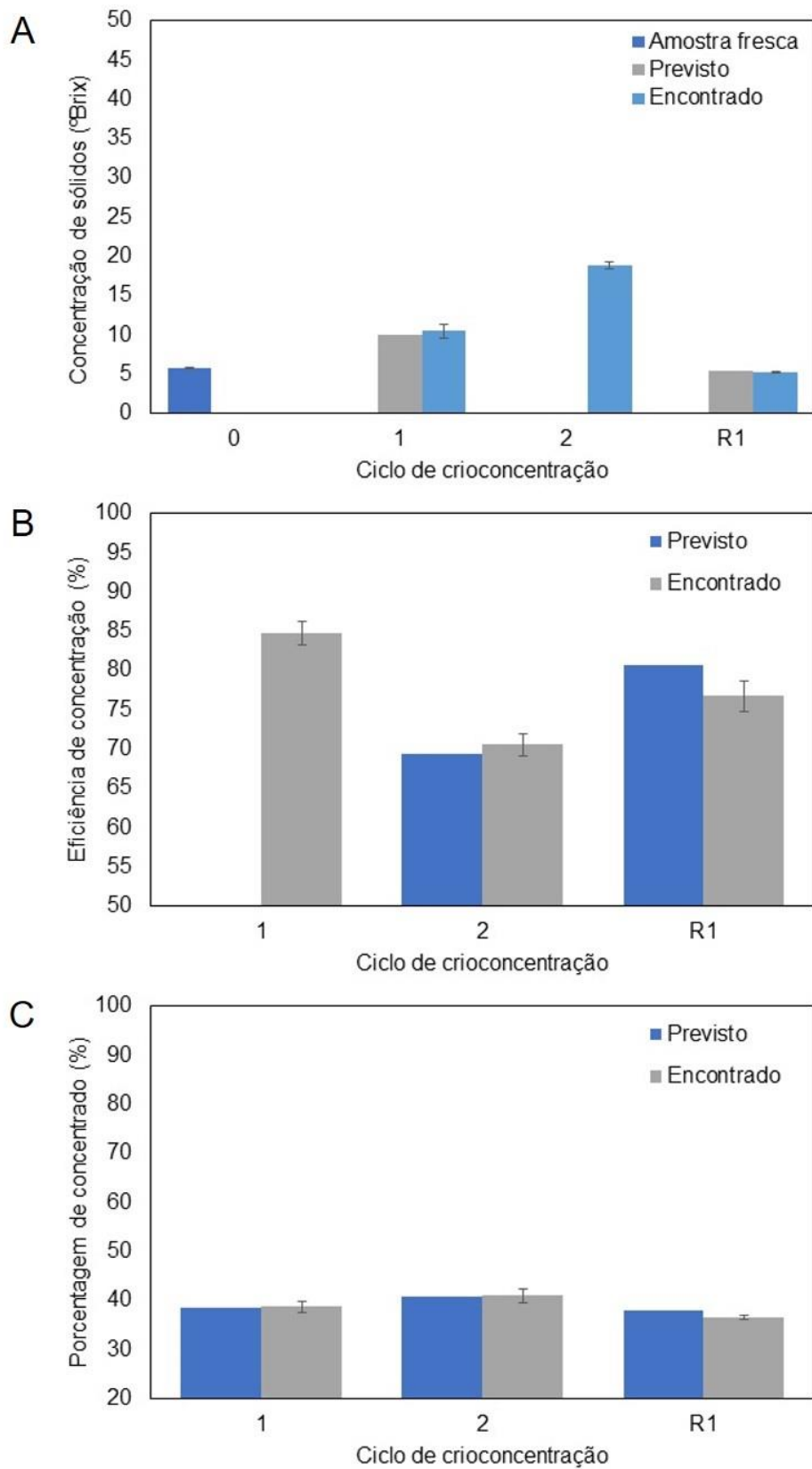


Figura 13. Evolução da concentração de sólidos, eficiência de concentração e porcentagem de concentrado em função dos ciclos de crioconcentração para o extrato de malte torrado.

4. Conclusão

A centrifugação é uma técnica assistida eficaz para remover a solução concentrada da matriz de gelo na crioconcentração em extrato de malte. Essa técnica permitiu obter altos valores de concentração de sólidos (CS), eficiência de concentração (η) e porcentagem de concentrado (PC) após o segundo ciclo de crioconcentração, para ambos os extratos (Pilsen e torrado).

O delineamento composto central rotacional aplicado proporcionou, de forma excelente, determinar a influência da temperatura de congelamento e do tempo de centrifugação nas variáveis resposta. A partir desse resultado, a metodologia de superfície de resposta permitiu identificar os valores ótimos dos parâmetros estudados, que maximizaram os valores desejados para essas variáveis.

A otimização de múltiplas respostas usando a função desejabilidade mostrou-se uma abordagem útil na obtenção de condições ideais de crioconcentração centrifuga. De acordo com a análise, pode-se concluir que a CS, η e PC ótimos para este processo podem ser alcançados em diferentes temperaturas de congelamento e tempos de centrifugação para cada ciclo. A combinação desses parâmetros resultou em condições mais eficientes para obter simultaneamente uma alta CS, uma alta η e uma alta PC, refletindo em uma concentração mais eficaz para os extratos de malte.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoa de Nível Superior (CAPES) pelo suporte financeiro a este trabalho.

Referências

Adorno, W. T., Rezzadori, K., Arend, G. D., Chaves, V. C., Reginatto, F. H., Di Luccio, M., Petrus, J. C. C., 2016. Enhancement of phenolic compounds content and antioxidant activity of strawberry (*Fragaria x ananassa*) juice by block freeze concentration technology. *International Journal of Food Science and Technology*. 52 (3), 781-787.

- Aider, M., Halleux, D., 2009. Cryoconcentration technology in the bio-food industry: principles and applications. *LWT - Food Science and Technology*. 42 (3), 679-685.
- Amran, N. A., Samsuri, S., Safiei, N. Z., Zakaria, Z. Y., Jusoh, M., 2016. Parametric study on the performance of progressive cryoconcentration system. *Journal Chemical Engineering Communications*. 203 (7), 957-975.
- Brunelli, L. T., Mansano, A. R., Venturini Filho, W. G., 2014. Caracterização físico-química de cervejas elaboradas com mel. *Brazilian Journal of Food Technology*. 17 (1), 19-27.
- Derringer, G., Suich, R., 1980. Simultaneous optimization of several response variables. *Journal of Quality Technology*. 12 (4), 214–219.
- Henao-Ardila, A., Quintanilla-Carvajal, M. X., Moreno, F. L., 2019. Combination of freeze concentration and spray drying for the production of feijoa (*Acca sellowiana b.*) pulp poder. *Powder Technology*. 344, 190-198.
- Guerra-Valle, M. E., Moreno, J., Lilli-Pérez, S., Petzold, G., Simpson, R., Nuñez, H., 2018. Enrichment of apple slices with bioactive compounds from pomegranate cryoconcentrated juice as an osmodehydration agent. *Journal of Food Quality*. 7241981, 9p.
- Jaster, H., Arend, G. D., Rezzadori, K., Chaves, V. C., Reginatto, F. H., Petrus, J. C. C., 2018. Enhancement of antioxidant activity and physicochemical properties of yogurt enriched with concentrated strawberry pulp obtained by block freeze concentration. *Food Research International*. 104, 119-125.
- Julian, H., Yaohanny, F., Devina, A., Purwadi, R., Wenten, I. G., 2020. Apple juice concentration using submerged direct contact membrane distillation (SDCMD). *Journal of Food Engineering*. 202, 109807.
- Luo, C., Chen, W., Han, W., 2010. Experimental study on factors affecting the quality of ice crystal during the freezing concentration for the brackish water. *Desalination*. 260, 231-238.
- Montgomery, D.C., Runger, G.C. (2011). *Applied Statistics and Probability for Engineers*. John Wiley & Sons, 976pp.
- Moreno, F. L., Raventós, M., Hernández, E., Ruiz, Y., 2014. Block freeze-concentration of coffee extract: Effect of freezing and thawing stages on solute recovery and bioactive compounds. *Journal of Food Engineering*, 120, 158-166.
- Orellana-Palma, P., González, Y., Petzold, G., 2019. Improvement of centrifugal cryoconcentration by ice recovery applied to orange juice. *Chemical Engineering and Technology*. 42 (4), 925-931.
- Orellana-Palma, P., Lazo-Mercado, V., Gianelli, M. P., Hernández, E., Zúñiga, R. N., Petzold, G., 2020. Influence of cryoconcentration on quality attributes

- of apple juice (*Malus domestica* cv. *Red Fuji*). *Applied Sciences*. 10 (3), 959p.
- Orellana-Palma, P., Petzold, G., Andana, I., Torres, N., Cuevas, C., 2017a. Retention of ascorbic acid and solid concentration via centrifugal freeze concentration of orange juice. *Jornal of Food Quality*. 5214909, 7p.
- Orellana-Palma, P., Petzold, G., Guerra-Valle, M., Astudillo-Lagos, M., 2017b. Impact of block cryoconcentration on polyphenol retention in blueberry juice. *Food Bioscience*. 20, 149-158.
- Petzold, G., Orellana, P., Moreno, J., Cuevas, C., 2017. Process parameters of vacuum-assisted freeze concentration. *Chemical Engineering Transactions*. 57, 1789-1794.
- Petzold, G., Moreno, J., Lastra, P., Rojas, K., Orellana, P., 2015. Block freeze concentration assisted by centrifugation applied to blueberry and pineapple juices. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*. 30, 192-197.
- Safari, S., Varaminian, F., 2019. Study the kinetics and thermodynamics conditions for CO₂ hydrate formation in orange juice concentration. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*. 57, 102155.
- Sánchez, J., Ruiz, Y., Raventós, M., Auleda, J. M., Hernández, E., 2010. Progressive freeze concentration of orange juice in a pilot plant falling film. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*. 11 (4), 644-651.
- Virgen-Ortíz, J. J., Ibarra-Junquera, V., Escalante-Minakata, P., Osuna-Castro, J. A., Ornelas-Paz, J. J., Mancilla-Margalli, N. A., Castañeda-Aguilar, R. L., 2013. Improving sodium dodecyl sulfate polyacrylamide gel electrophoresis detection of low-abundance protein samples by rapid freeze centrifugation. *Analytical Biochemistry*. 443, 249–251.
- Zielinski, A. A. F., Zardo, D. M., Alberti, A., Bortolini, D. G., Benvenuti, L., Demiate, I. M., Nogueira, A., 2018. Effect of cryoconcentration process on phenolic compounds and antioxidant activity in apple juice. *Journal of the Science of Food and Agriculture*. 99, 2786–2792.

Otimização dos parâmetros de fabricação de refrigerante de malte com base em aspectos físico-químicos e atributos sensoriais

Magno Fonseca Santos^{a*}, Solciaray Cardoso Soares Estefan de Paula^a, Lucas Matins da Silva^a, Antonio Manoel Maradini Filho^a, Sérgio Henriques Saraiva^a, Luciano José Quintão Teixeira^a

^a Departamento de Engenharia de Alimentos, Centro de Ciências Agrárias e Engenharias, Universidade Federal do Espírito Santo, Alto Universitário; s/n, 29500-000, Alegre, ES, Brasil. E-mails: magnofsantos@hotmail.com, solsoaares@gmail.com, lucasmartinsdasilvalms@gmail.com, antoniomaradinifilho@yahoo.com, sergiohsaraiva@gmail.com, luqteixeira@yahoo.com.br

* Autor correspondente: Departamento de Engenharia de Alimentos, Centro de Ciências Agrárias e Engenharias, Universidade Federal do Espírito Santo, Alto Universitário; s/n, 29500-000, Alegre, ES, Brasil. E-mail: magnofsantos@hotmail.com

Resumo

A tecnologia de produção de refrigerantes progrediu consideravelmente nos últimos anos, proporcionando aos consumidores o desenvolvimento de novos produtos, com aromas e sabores diferenciados. Este trabalho foca na otimização das concentrações de extrato de malte Pilsen (EMP), extrato de malte torrado (EMT) e açúcar (A) na produção de um refrigerante com características físico-químicas e sensoriais compatíveis com os tradicionais. Para determinar a qualidade desse refrigerante, foram avaliados os aspectos físico-químicos de pH, acidez, açúcar redutor, açúcar total e cor, e os atributos sensoriais de cor, aroma, gaseificação, sabor, impressão global e intenção de compra. A melhor formulação obtida contém 1,40 % de EMP, 5,50 % de EMT e 9,84 % de A.

Palavras-chave: Função desejabilidade, metodologia de superfície de resposta, extrato de malte, bebida gaseificada, DCCR.

Abreviações: EMP: extrato de malte Pilsen; EMT: extrato de malte torrado; A: açúcar.

Destaques

1. Malte é feito a partir da cevada e sua qualidade depende das condições climáticas e do solo da região.
2. Diferentes tipos de malte são usados para gerar características diferentes em produtos incluindo sabor, cor e sensação de boca.
3. Extrato de malte é o resultado da desidratação total ou parcial do mosto de malte até o estado sólido ou de consistência xaroposa ou pastoso.
4. Refrigerante é a bebida gaseificada, obtida pela dissolução em água, de suco ou extrato natural, adicionada de açúcar ou edulcorantes.

1. Introdução

A cevada, é considerada como uma das primeiras culturas domesticadas no mundo, há cerca de 10 mil anos (Keller e Krattinger, 2017) e é o quarto cereal mais abundante do mundo (Zeng et al., 2015). A Europa é responsável por 41% da produção mundial, sendo cultivada principalmente como uma safra anual de cevada de primavera (Kaczmarek et al., 2017). A cevada é amplamente utilizada nas indústrias de malte e cervejeira (Wang et al., 2018), como ração animal e em potenciais produtos alimentícios saudáveis (Zeng et al., 2015).

Segundo a Instrução Normativa nº11 do MAPA, de 13 de março de 2013 que estabelece o Regulamento Técnico do Malte de Cevada, o malte de cevada é o produto resultante da germinação forçada e controlada, sob condições especiais de umidade e temperatura da cevada do gênero *Hordeum spp.*, e posterior secagem (Brasil, 2013a). O malte é feito a partir de uma variedade de cevadas, portanto sua qualidade depende das condições climáticas e do solo da região (Penkina et al., 2018), sendo cultivado em uma ampla variedade de ambientes e localizações geográficas (Kaur et al., 2015).

O tipo e a extensão das alterações metabólicas que ocorrem no interior do grão de cevada durante a maltagem definem a qualidade final do malte (Peyer

et al., 2017). A qualidade do malte afeta o processo tecnológico de produção das bebidas sendo de suma importância para a obtenção da composição química requerida (Penkina et al., 2018).

Diferentes tipos de malte são usados para gerar características diferentes em produtos incluindo sabor, cor e sensação na boca (Kaur et al., 2015). De acordo com a sua cor, os maltes de cevada podem ser classificados em maltes claros e escuros (especiais) (Carvalho et al., 2016). Maltes claros são usados como principais ingredientes para a produção de cerveja e são levemente aquecidos a temperaturas de 60 a 95 °C. Normalmente, os maltes claros são secos em fornos convencionais a temperaturas inferiores a 100 °C para atingir um baixo teor de umidade, em torno de 4-5% (Carvalho et al., 2016). Os maltes escuros são categorizados em maltes de cor, maltes de caramelo e maltes torrados (Carvalho et al., 2016). Os maltes de cor são produzidos com temperaturas de até 105 °C, enquanto os maltes caramelo e maltes torrados são produzidos por torrefação do malte verde (germinado, mas não queimado) ou malte claro, em fornos a 160 °C e 220-250 °C por 2–2,5 h, respectivamente. Os maltes torrados são usados na produção de cerveja para fornecer cor e sabor extras. Eles são usados em quantidades relativamente pequenas, geralmente menor que 5%, em comparação com maltes claros, superior a 95%, porque o uso de maltes especiais resulta em níveis mais baixos de açúcares fermentáveis e aminoácidos no mosto (Carvalho et al., 2016).

Durante o processo de mosturação ou brassagem, o malte forma o material de base para a produção do mosto (Kaur et al., 2015), que é uma solução concentrada formada de açúcares, dextrinas, aminoácidos e outras substâncias proteicas de alto peso molecular (Larsson et al., 2019). O extrato de malte, obtido essencialmente da cevada, é o resultado da desidratação total ou parcial do mosto de malte até o estado sólido ou de consistência xaroposa ou pastoso, devendo apresentar propriedades do mosto de malte, quando reconstituído (Brasil, 2014; Brasil, 2019). O uso mais extensivo do extrato de malte de cevada em todo o mundo é como fonte de açúcares fermentescíveis para fermentações alcoólicas, principalmente para a fabricação de cervejas (Kaur et al., 2015), mas também para a produção do whisky (Kew et al., 2017). No entanto, não foram encontrados estudos para utilização de extrato de malte de cevada para produção de outros tipos de bebidas não alcoólicas, incluindo o

refrigerante.

Os refrigerantes são um dos mais populares tipos de bebidas não alcoólicas gaseificadas disponíveis no mercado (Kasmi et al., 2016). Conforme definido pelo Decreto nº 6.871, de 4 de junho de 2009, o refrigerante é a bebida gaseificada, obtida pela dissolução em água, de suco ou extrato natural, adicionada de açúcar ou edulcorantes (adoçantes) (Brasil, 2009).

O sabor é talvez a característica mais importante de um refrigerante, por isso não é de surpreender que o desenvolvimento das indústrias de aromas e refrigerantes esteja intimamente ligado. A tecnologia de aromas para refrigerantes progrediu consideravelmente nos últimos anos. Pesquisas consideráveis têm sido conduzidas para entender melhor os mecanismos de interação entre os compostos aromáticos e os ingredientes usados na formulação dos refrigerantes (Fadel et al., 2015).

Dentro deste panorama, objetivou-se o desenvolvimento de um novo refrigerante à base de malte de cevada, com características físico-químicas e sensoriais compatíveis com os refrigerantes tradicionais.

2. Material e Métodos

2.1. Material

2.1.1. Extrato de malte

Os mostos de malte de cevada claro e escuro, foram produzidos no decorrer deste projeto seguindo a metodologia adaptada de Brunelli, Mansano e Venturini Filho (2014), utilizando duas fontes de maltes (malte claro tipo Pilsen e malte escuro tipo torrado), que foram adquiridos em sites de empresas especializadas em produtos cervejeiros. Os mostos foram então concentrados por evaporação até um terço do volume.

2.1.2. Ingredientes

A água mineral e o açúcar cristal utilizados na produção dos refrigerantes foram adquiridos no comércio da cidade de Alegre-ES. Também foram utilizados gás carbônico de grau alimentício (CO₂) e ácido cítrico PA como acidulante.

2.2. Métodos

2.2.1. Planejamento experimental

Todos os experimentos foram realizados no Centro de Ciências Agrárias e Engenharias da Universidade Federal do Espírito Santo *Campus Alegre* (CCAUE-UFES). Neste trabalho foi utilizado o delineamento composto central rotacional (DCCR) para otimização das concentrações de extratos de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar na formulação do refrigerante. Uma vez que o DCCR consistiu em três fatores, foi atribuído um valor $\alpha = 1,68$ (Montgomery e Runger, 2011).

Os níveis das variáveis independentes concentração de extratos de malte foram escolhidos tendo por base os valores mínimos estipulados na legislação para refrigerantes de frutas (Brasil, 2013b), enquanto a concentração de açúcar foi escolhida tendo por base os valores encontrados nos refrigerantes comerciais. Esses níveis são mostrados na Tabela 1.

Tabela 21. Níveis de variáveis independentes para o delineamento composto central rotacional (DCCR).

Variáveis independentes	-1,68	-1,00	0,00	+1,00	+1,68
Extrato de malte Pilsen (%)	0,0	2,0	5,0	8,0	10,0
Extrato de malte torrado (%)	0,0	3,4	8,6	13,8	17,2
Açúcar (%)	0,0	2,5	6,0	9,5	12,0

Para três variáveis independentes, este delineamento gera oito pontos fatoriais, seis pontos axiais e um ponto central, totalizando 15 tratamentos. Como o ponto central foi realizado em três repetições, foram executados 17 ensaios experimentais, mostrados na Tabela 2.

Tabela 22. Ensaios experimentais para o delineamento composto central rotacional.

Ensaios	Extrato de malte		Açúcar (%)
	Pilsen (%)	torrado (%)	
1	2,0	3,4	2,5
2	8,0	3,4	2,5
3	2,0	13,4	2,5
4	8,0	13,4	2,5
5	2,0	3,4	9,5
6	8,0	3,4	9,5
7	2,0	13,8	9,5
8	8,0	13,8	9,5
9	0,0	8,6	6,0
10	10,0	8,6	6,0
11	5,0	0,0	6,0
12	5,0	17,2	6,0
13	5,0	8,6	0,0
14	5,0	8,6	12,0
15	5,0	8,6	6,0
16	5,0	8,6	6,0
17	5,0	8,6	6,0

Foram realizadas análises de variância da regressão e superfícies de resposta para as variáveis respostas físico-químicas pH, acidez, açúcar total, açúcar redutor e cor, e os atributos sensoriais cor, aroma, gaseificação, sabor, impressão global e intenção de compra.

As condições ótimas do experimento para as variáveis respostas sensoriais foram encontradas utilizando a técnica de otimização simultânea por meio da função desejabilidade. Esta técnica tem a finalidade de encontrar os valores operacionais ótimos que irão satisfazer simultaneamente os requisitos necessários às diferentes variáveis resposta para, assim, otimizar as concentrações das variáveis independentes extrato de malte Pilsen (EMP), extrato de malte torrado (EMT) e açúcar (A) (Derringer e Suich, 1980).

2.2.2. Protocolo experimental de produção dos refrigerantes

O protocolo experimental de produção dos refrigerantes foi realizado de acordo com a metodologia adaptada de Celestino (2010). Uma visão geral do protocolo experimental é exibida na Figura 1.

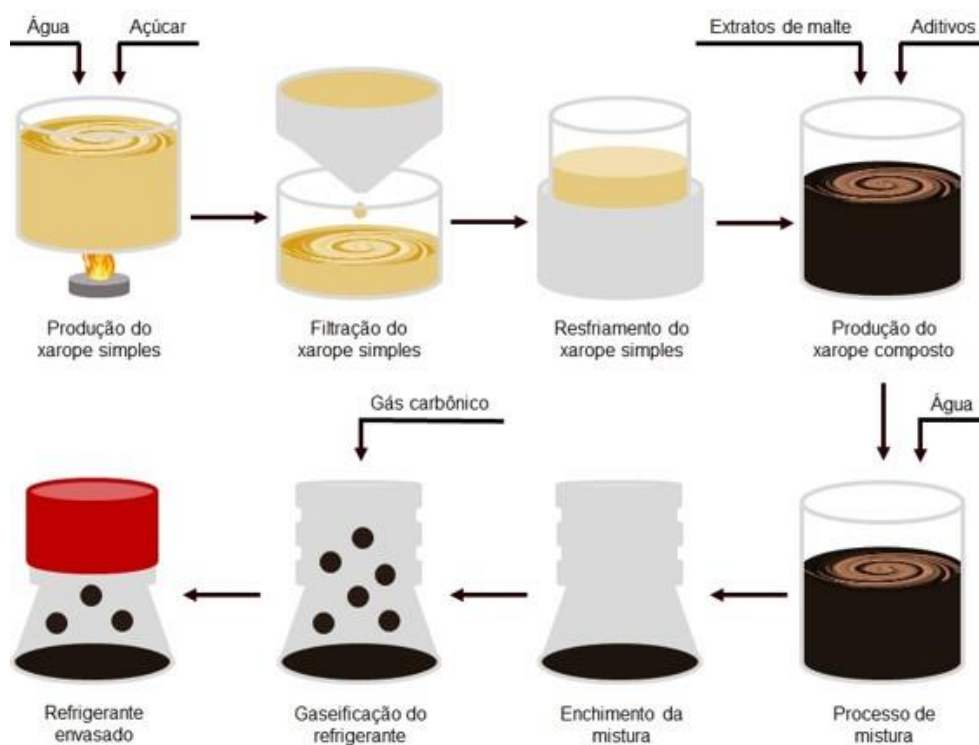


Figura 14. Protocolo experimental de produção dos refrigerantes.

Fonte: O autor (2020)

Para a produção do xarope simples foi preparada uma mistura de sacarose granulada com água mineral, na proporção 2:1 respectivamente. A solução foi aquecida a 82 °C, e então filtrada à vácuo. Imediatamente após a filtração, o xarope simples foi resfriado a 25 °C. O xarope simples foi então diluído até atingir a densidade em torno de 1,3 kg / L ou 60 °Brix, aproximadamente. O xarope composto foi preparado num tanque agitado, adicionando-se ao xarope simples os extratos de malte de cevada, em concentrações estabelecidas de acordo com o DCCR e o acidulante (0,3 g / 100 mL). A adição dos ingredientes ocorreu de forma lenta e cuidadosa, sob agitação. A sequência de preparo deve ser obedecida, não alterando a ordem de entrada dos ingredientes para evitar precipitações e turvações. A água e o xarope composto foram então combinados

e colocados em embalagens PET sanitizadas e em seguida, carbonatados. Para garantir a completa homogeneização dos componentes, a agitação foi mantida por 15 minutos, após adição de todos os componentes da bebida, e retornada por alguns instantes a cada meia hora durante 3 horas.

2.2.3. Análises físico-químicas

Os extratos de malte foram caracterizados segundo as análises de: sólidos insolúveis, sólidos solúveis, sólidos totais, lipídeos, umidade, pH, acidez, cinzas, proteínas, açúcares redutores e cor. Nos refrigerantes foram realizadas as análises de: pH, acidez, açúcares redutores, açúcares totais e cor. Todas as análises foram realizadas em triplicata de acordo com os métodos descritos pelo Instituto Adolf Lutz (2008) para bebidas e refrigerantes, com exceção das análises de cor. Para os extratos de malte, a análise de cor foi realizada em espectrofotômetro (Spectrophotometer Model Nova 18000UV, Nova Instruments) por transmitância em 430 nm segundo protocolos da EBC (2005), enquanto que para os refrigerantes, foi realizada em colorímetro por transmitância (Spectrophotometer CM-5, Konica Minolta) segundo protocolos da Hunterlab (2001).

2.2.4. Análises microbiológicas

A fim de garantir a segurança microbiológica dos refrigerantes para os participantes da análise sensorial, foram realizadas nas amostras de refrigerantes as seguintes análises microbiológicas: coliformes totais, coliforme termotolerantes e coloração de Gram (APHA, 2001).

2.2.5. Análise sensorial

Este estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa com seres Humanos da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES), *Campus Alegre*, ES, Brasil, sob número 3.685.196. Foram recrutados 92 voluntários, consumidores regulares de refrigerante entre alunos e funcionários da UFES,

Campus de Alegre, de forma aleatória, com base em sua vontade de participar do estudo.

Durante a avaliação sensorial, foram servidos aos avaliadores as amostras de refrigerante de malte, em copos de acrílico, aproximadamente 30 mL, à temperatura de 6 °C (Della Lucia, Minim e Carneiro, 2018), de forma monádica e aleatória.

Cada avaliador recebeu uma ficha de avaliação da aceitação para cada amostra de refrigerante de malte, em que foi solicitada a sua anotação utilizando uma escala hedônica estruturada de nove pontos (Reis e Minim, 2018). Foram atribuídas notas que variaram de “gostei extremamente” (correspondente à nota 9) e “desgostei extremamente” (correspondente à nota 1) para os atributos cor, aroma, gaseificação, sabor e impressão global. Além da aceitação, também foi realizado o teste de intenção de compra para o produto de acordo com uma escala de cinco pontos que variou entre “definitivamente compraria” (correspondente à nota 5) e “definitivamente não compraria” (correspondente à nota 1) (Brewer e Mckeith, 1999).

3. Resultados e Discussão

3.1. Caracterização dos extratos de malte

Primeiramente, os extratos de malte Pilsen (EMP) e torrado (EMT) foram caracterizados quanto aos seus aspectos físico-químicos. Na Tabela 3 estão apresentados os dados obtidos para pH, acidez, cor, proteínas, lipídeos, cinzas, açúcar redutor e sólidos solúveis.

Ao comparar os valores de pH encontrados neste estudo, percebe-se que esses resultados estão dentro dos limites citados por Hansen e Wasdovitch (2005), que variaram de 5 a 6 para EMP e 4,5 a 6 para EMT. Não foram encontrados, na literatura consultada, qualquer referência para a análise de acidez e cor em extrato de malte.

Tabela 23. Valores dos parâmetros físico-químicos dos extratos de malte Pilsen e torrado em base seca (média \pm desvio padrão).

Aspectos físico-químicos	EMP	EMT
pH	5,26 \pm 0,02	4,54 \pm 0,01
Acidez (mL NaOH 0,1N/10g)	5,04 \pm 0,22	7,57 \pm 0,04
Cor (EBC)	79,75 \pm 0,22	3163,00 \pm 5,56
Proteínas (%)	14,36 \pm 0,26	9,19 \pm 0,04
Lipídeos (%)	0,58 \pm 0,07	1,05 \pm 0,08
Cinzas (%)	1,36 \pm 0,19	2,40 \pm 0,04
Açúcar redutor (%)	66,00 \pm 2,11	9,37 \pm 0,27
Sólidos solúveis (%)	99,75 \pm 0,04	96,33 \pm 0,17

Percebe-se que os resultados encontrados para a análise de proteína, foram superiores aos citados no trabalho de Hansen e Wasdovitch (2005), que verificaram 8 e 7 % para EMP e EMT, respectivamente. Os valores encontrados para a análise de lipídeos também foram superiores aos resultados encontrados por Hansen e Wasdovitch (2005), que foram 0,20% para ambos os extratos. Já os resultados da análise de cinzas, estão abaixo dos limites máximos de 2,50% de xarope de malte estipulados por Novartis (1999).

O resultado encontrado para açúcares redutores do EMP está dentro do intervalo relatado por Hansen e Wasdovitch (2005), que varia de 60 a 70%. Já para o EMT, o resultado encontrado apresenta um valor inferior ao relatado por Hansen e Wasdovitch (2005), que varia de 20 a 30%.

Foi observado que os resultados encontrados neste estudo para a análise de sólidos solúveis foram superiores aos citados por Venturini Filho (2000), que variaram de 75,3 a 80,0 % de sólidos solúveis.

3.2. Influência das concentrações de extratos de malte e açúcar nos aspectos físico-químicos dos refrigerantes

A influência das concentrações de extrato de malte Pilsen (EMP), extrato de malte torrado (EMT) e açúcar (A) nos aspectos físico-químicos do refrigerante foi estudada. Na Tabela 4 estão apresentados os dados obtidos para o

delineamento composto central rotacional (DCCR) para as variáveis dependentes pH, acidez, açúcar redutor (AR), açúcar total (AT) e cor.

Tabela 24. Valores observados para os parâmetros físico-químicos dos refrigerantes.

Ensaio	Acidez (g _{ac} /100mL)	pH	AR (g/L)	AT (g/L)	Cor		
					L*	a*	b*
1	0,32	2,88	4,01	25,70	41,94	28,53	63,55
2	0,35	3,18	22,19	48,86	32,7	30,17	52,86
3	0,38	3,07	5,98	31,55	0,90	3,36	1,10
4	0,40	3,28	18,36	50,65	1,05	4,34	1,20
5	0,34	2,78	5,60	115,09	32,57	27,41	52,16
6	0,30	3,18	26,57	137,21	24,47	24,60	39,96
7	0,36	3,06	10,67	132,92	0,67	3,24	0,94
8	0,38	3,36	29,10	154,15	0,51	2,03	0,75
9	0,32	2,84	0,99	66,79	9,03	26,82	14,13
10	0,38	3,32	30,50	88,29	8,64	26,44	13,20
11	0,31	2,98	11,95	87,74	75,98	1,53	15,74
12	0,40	3,2	17,69	69,69	0,55	2,24	0,32
13	0,38	3,11	14,11	17,38	5,33	21,18	7,99
14	0,39	2,98	18,67	205,59	3,61	14,92	5,95
15	0,36	3,08	17,13	86,94	7,95	26,04	12,28
16	0,36	3,08	17,13	86,94	7,95	26,04	12,28
17	0,36	3,08	17,13	86,94	7,95	26,04	12,28

* g_{ac} = gramas de ácido cítrico.

A partir dos resultados apresentados na Tabela 4, foram gerados os modelos ajustados para cada variável resposta, bem como seus coeficientes de determinação (R²), apresentados na Tabela 5.

Tabela 25. Modelos ajustados e coeficientes de determinação (R²) para os parâmetros físico-químicos dos refrigerantes.

Variáveis resposta	Modelo ajustado	R ²	
Acidez (g _{ac} /100mL)	$Y = 0,3556 + 0,0096x_1 - 0,0046x_1^2 + 0,0265x_2 + 0,0078x_3^2 + 0,0063x_1x_2 - 0,0088x_1x_3$	0,8428	
pH	$Y = 3,0938 + 0,1478x_1 + 0,0821x_2 - 0,0182x_3 - 0,0099x_3^2 - 0,0238x_1x_2 + 0,0238x_1x_3 + 0,0213x_2x_3$	0,9748	
AR (g/L)	$Y = 17,1915 + 9,1654x_1 - 0,6949x_1^2 + 1,5334x_2 - 1,0244x_2^2 + 1,7196x_3 - 0,4805x_3^2 - 1,7425x_1x_2 + 1,7975x_1x_3 + 1,8750x_2x_3$	0,9950	
AT (g/L)	$Y = 87,0961 + 8,9016x_1 - 3,8530x_1^2 - 3,4385x_2^2 + 51,2363x_3 + 8,1758x_3^2 + 3,4250x_2x_3$	0,9823	
Cor	L*	$Y = 8,1494 - 1,3196x_1 - 18,7084x_2 + 10,5037x_2^2 - 1,5581x_3 - 1,4702x_3^2 + 2,1663x_1x_2 + 2,1038x_2x_3$	0,9755
	a*	$Y = 26,4074 - 7,0758x_2 - 8,5405x_2^2 - 2,7015x_3^2$	0,7407
	b*	$Y = 18,0406 - 16,8889x_2$	0,5728

* Extrato de malte Pilsen = x₁; Extrato de malte torrado = x₂; Açúcar = x₃.

A acidez, pH, açúcar redutor, açúcar total e a dimensão de cor que corresponde ao eixo de luminosidade (L*) foram influenciados significativamente (p ≤ 0,05) pelas concentrações de EMP, EMT e A. A dimensão de cor que corresponde ao eixo vermelho-verde (a*) foi influenciado significativamente (p ≤ 0,05) pela concentração de EMT e A, enquanto a dimensão de cor que corresponde ao eixo amarelo-azul (b*) foi influenciado significativamente (p ≤ 0,05) somente pela concentração de EMT.

3.2.1. Acidez

Na Figura 2, são apresentados os gráficos de superfície de resposta da acidez, representando o comportamento dessa variável em relação às concentrações de EMP, EMT e A. Observa-se dentro da região estudada, que os valores máximo e mínimo previstos pelo modelo foram 0,41 e 0,31 g_{ac}/100mL, respectivamente. Nota-se que os valores de acidez se encontram próximos ao valor inicialmente calculado para os refrigerantes (0,3 g_{ac}/100mL), sendo que essas diferenças podem ser atribuídas principalmente ao EMT, que apresentou maior acidez titulável.

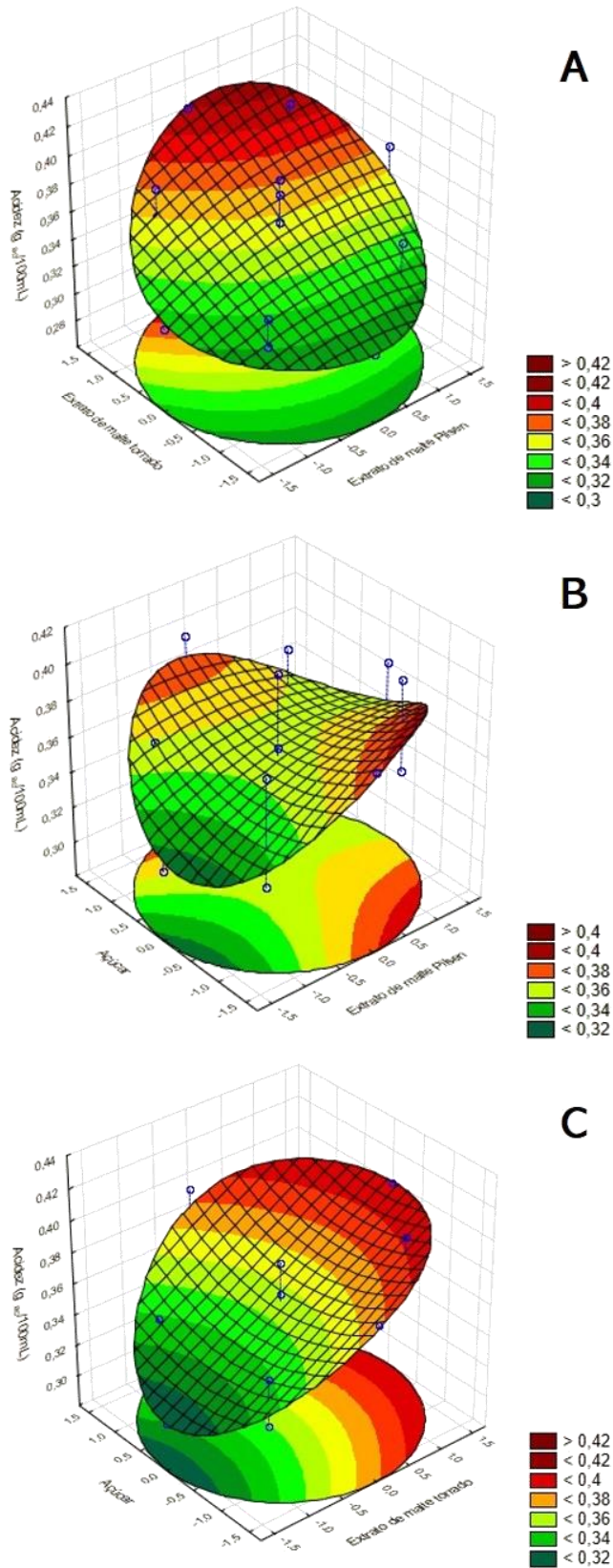


Figura 15. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar na acidez titulável em que: (A) A = 0; (B) EMT = 0; (C) EMP = 0.

3.2.2. pH

Os gráficos de superfície de resposta da variável pH são apresentados na Figura 3, representando o comportamento desse atributo em relação às concentrações de EMP, EMT e A. Foi possível observar, dentro da região estudada, que os valores máximo e mínimo previstos pelo modelo foram 4,49 e 1,68, respectivamente. Os refrigerantes fabricados com maiores concentrações de A apresentaram menor pH, demonstrando que o açúcar tem poder anti-tamponante.

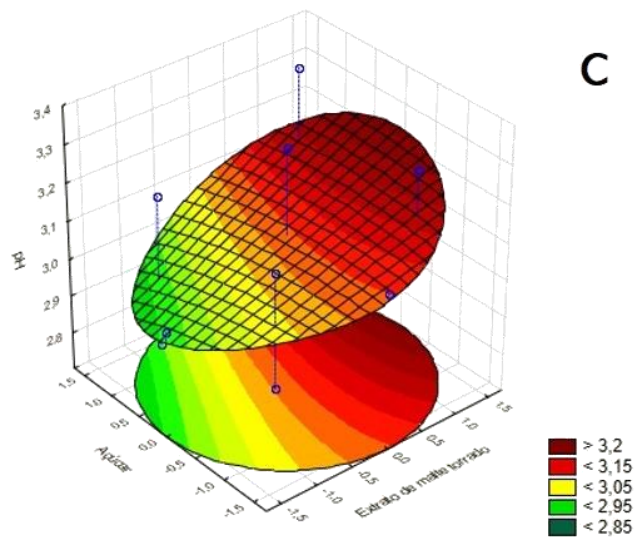
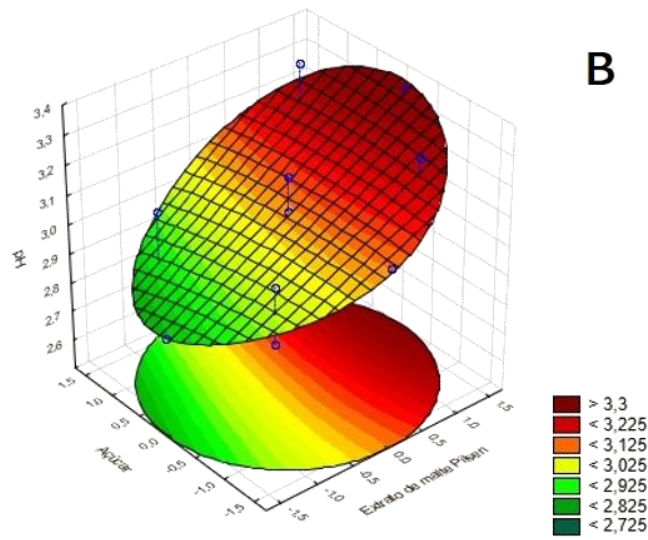
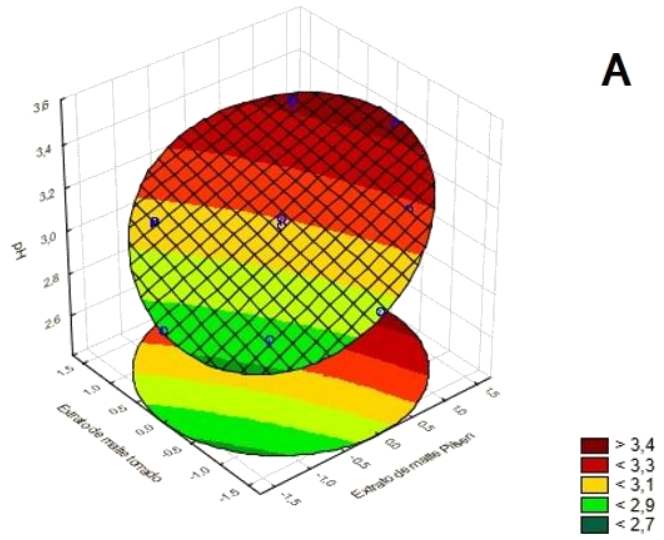
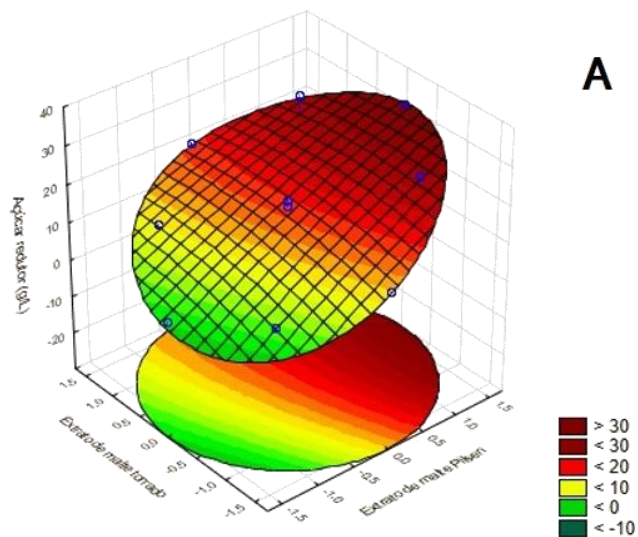


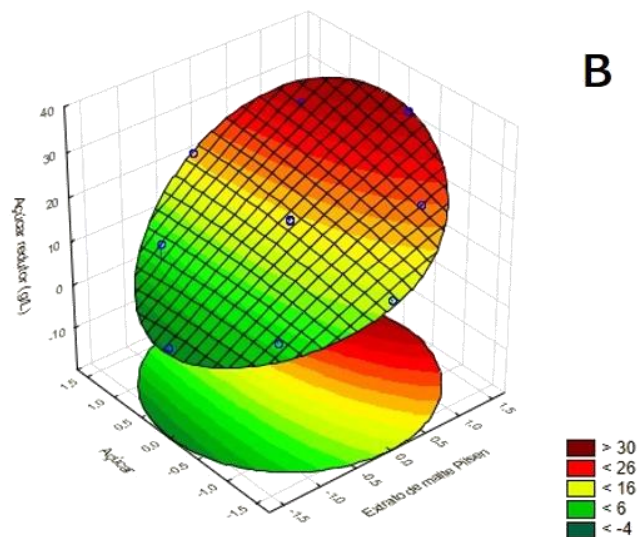
Figura 16. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar no pH em que: (A) A = 0; (B) EMT = 0; (C) EMP = 0.

3.2.3. Açúcares

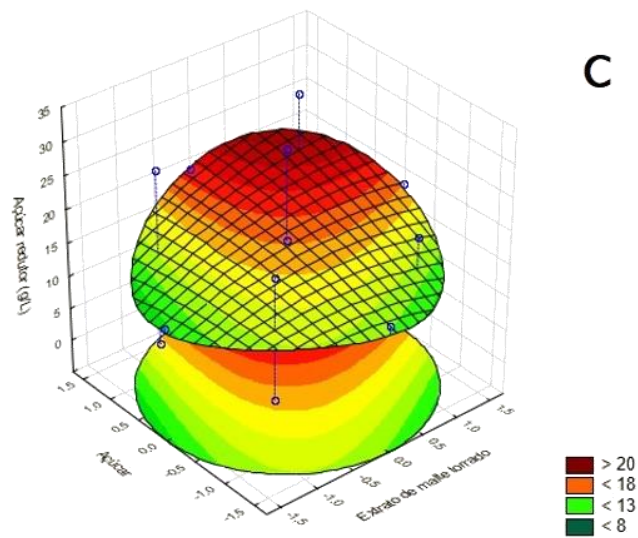
Nas Figuras 4 e 5, são apresentados os gráficos de superfície de resposta dos açúcares redutores (AR) e totais (AT), representando o comportamento dessas variáveis em relação às concentrações de EMP, EMT e A. Nota-se que maiores valores para AR podem ser obtidos com maiores concentrações de EMP e A e medianas de EMT, enquanto maiores valores para AT podem ser obtidos com medianas concentrações de EMP e EMT e elevadas de A. Observa-se dentro da região estudada, que os valores máximos previstos pelos modelos foram de 32,80 g/L para AR e 199,97 g/L para AT.



A



B



C

Figura 17. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar no açúcar redutor em que: (A) $A = 0$; (B) $EMT = 0$; (C) $EMP = 0$.

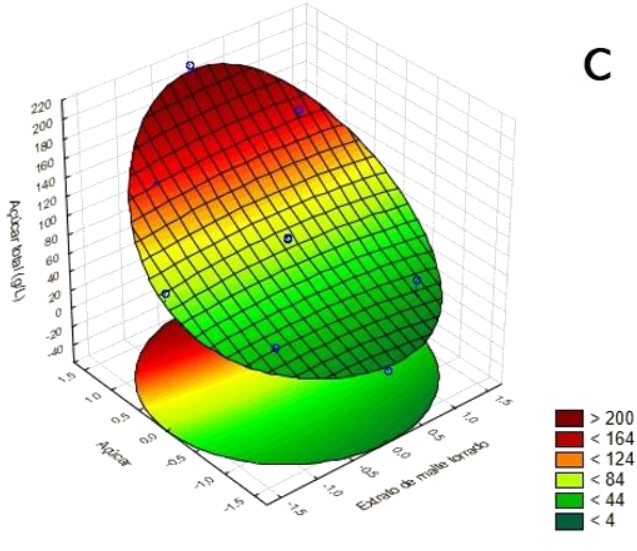
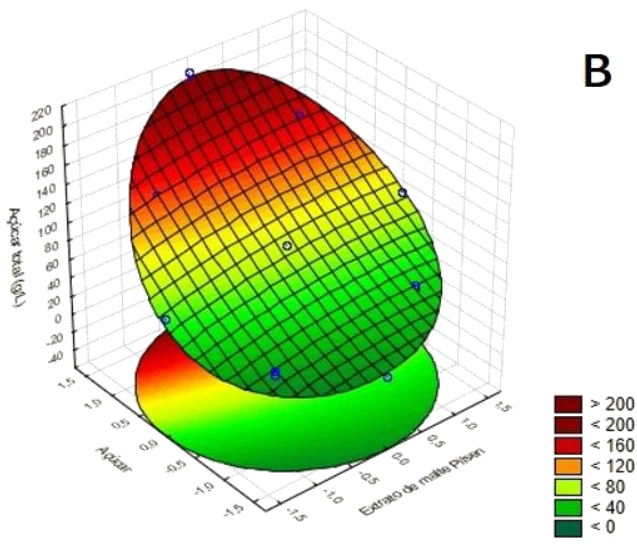
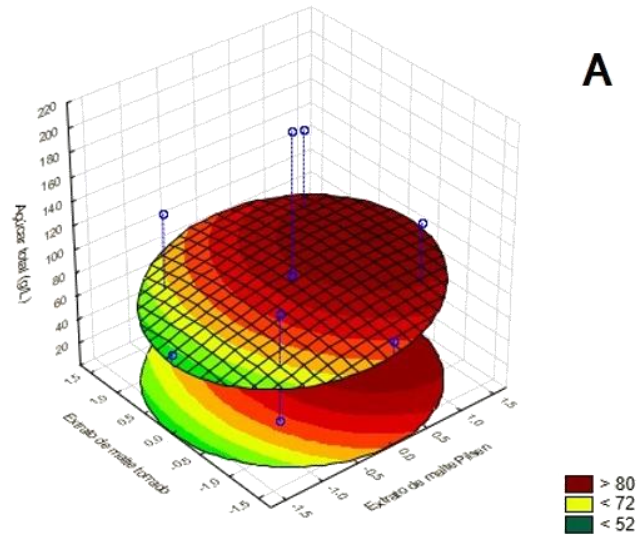


Figura 18. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar no açúcar total em que: (A) A = 0; (B) EMT = 0; (C) EMP = 0.

3.2.4. Cor

Nas Figuras 6 e 7, são apresentados os gráficos de superfície de resposta das dimensões de cor que correspondem aos eixos de tonalidade vermelho-verde (a^*) e luminosidade (L^*), representando o comportamento dessas variáveis em relação às concentrações de EMP, EMT e A. Observa-se dentro da região estudada, que os valores de L^* previstos pelo modelo variam de 0 a 71,96, sendo influenciados principalmente por altas concentrações de EMT e A para obtenção de uma coloração escura.

Quanto às tonalidades, os valores variam de -10,09 a 27,87 para o eixo vermelho-verde (a^*) e -10,36 a 46,44 para o eixo amarelo-azul (b^*), indicando que as formulações, em sua maioria, apresentaram colocação avermelhada e amarelada, característica dos extratos de malte utilizados.

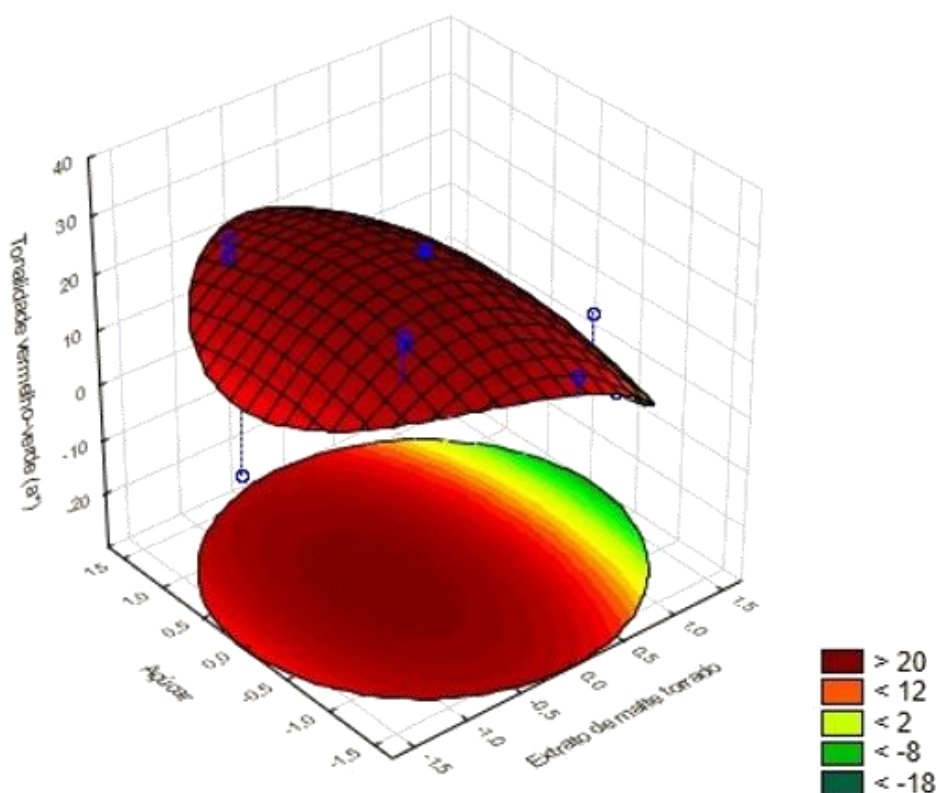


Figura 19. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte torrado e açúcar no eixo de tonalidade vermelho-verde da cor (a^*).

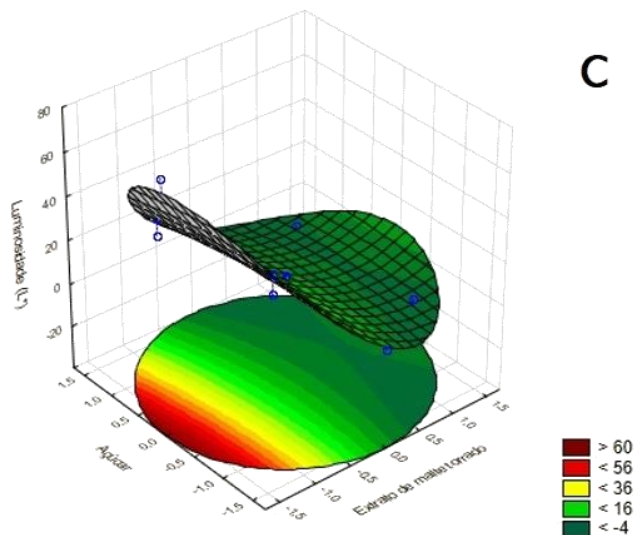
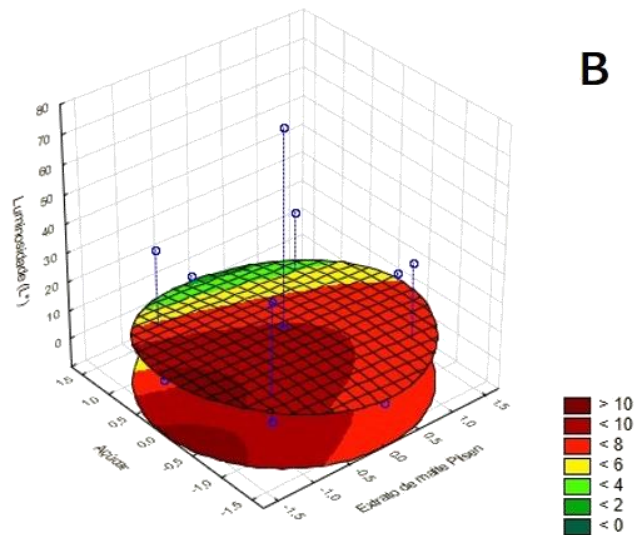
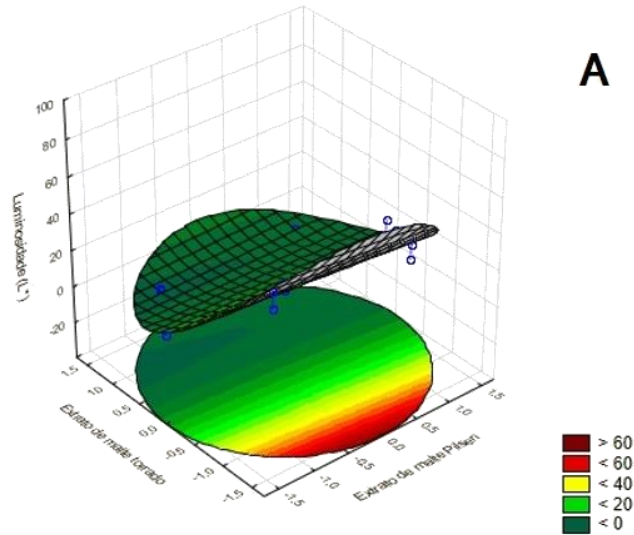


Figura 20. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar no eixo de luminosidade da cor (L^*) em que: (A) $A = 0$; (B) $EMT = 0$; (C) $EMP = 0$.

3.3. Análise microbiológica

Os resultados das análises de coliformes totais, coliformes termotolerantes e coloração de Gram nos refrigerantes não indicaram contaminação. A partir desse resultado, as análises sensoriais foram realizadas.

3.4. Influência das concentrações de extratos de malte e açúcar nos atributos sensoriais dos refrigerantes

A influência das concentrações de extrato de malte Pilsen (EMP), extrato de malte torrado (EMT) e açúcar (A) nos atributos sensoriais do refrigerante foi estudada. Na Tabela 6 estão apresentados os dados obtidos para o delineamento composto central rotacional (DCCR) para as variáveis sensoriais dependentes cor, aroma, gaseificação, sabor, impressão global (IG) e intenção de compra (IC).

Tabela 26. Valores observados para os atributos sensoriais dos refrigerantes.

Ensaio	Cor	Aroma	Gaseificação	Sabor	IG	IC
1	7,04	6,38	5,60	4,13	4,63	2,10
2	6,94	6,22	5,84	4,74	5,1	2,30
3	7,26	6,24	4,95	3,44	4,21	1,77
4	7,4	6,34	5,07	4,25	4,67	2,09
5	7,43	6,50	6,30	6,19	6,32	3,03
6	7,36	6,35	5,72	6,07	6,11	2,95
7	7,57	6,35	5,64	4,47	5,25	2,30
8	7,64	6,15	5,58	4,86	5,32	1,47
9	7,77	6,35	6,21	5,16	5,75	2,66
10	7,73	6,71	6,28	5,94	6,05	2,94
11	5,52	5,80	6,22	6,23	5,98	2,96
12	7,44	6,35	5,49	4,42	5,12	2,26
13	7,42	6,24	5,22	3,22	4,16	1,75
14	7,78	6,32	5,90	5,60	5,94	2,84
15	7,72	6,64	5,95	5,13	5,64	2,62

A partir dos resultados apresentados na Tabela 6, foram gerados os modelos ajustados para as variáveis resposta cor, gaseificação, sabor, impressão global e intenção de compra, bem como seus coeficientes de determinação (R^2), apresentados na Tabela 7. A variável dependente aroma não apresentou influência significativa ($p > 0,05$) para os parâmetros estudados.

Tabela 27. Modelos ajustados e coeficientes de determinação (R^2) para os atributos sensoriais do refrigerante.

Variáveis resposta	Modelo ajustado	R^2
Cor	$Y = 7,7195 + 0,3160 x_2 - 0,4229 x_2^2 + 0,1437 x_3$	0,8400
Gaseificação	$Y = 6,0583 - 0,2530 x_2 - 0,1286 x_2^2 + 0,2158 x_3$ $- 0,2326 x_3^2 - 0,1264 x_1 x_3$ $+ 0,0774 x_2 x_3$	0,8544
Sabor	$Y = 5,2491 + 0,2193 x_1 - 0,5233 x_2 + 0,6611 x_3$ $- 0,3587 x_3^2 + 0,0897 x_1 x_2$ $- 0,1440 x_1 x_3 - 0,2174 x_2 x_3$	0,9671
IG	$Y = 5,7283 + 0,0956 x_1 - 0,3041 x_2 - 0,1197 x_2^2$ $+ 0,5392 x_3 - 0,2969 x_3^2$ $- 0,1345 x_1 x_3 - 0,1264 x_2 x_3$	0,9542
IC	$Y = 2,6839 + 0,0773 x_1 - 0,2139 x_2 - 0,0623 x_2^2$ $+ 0,3163 x_3 - 0,1740 x_3^2$ $- 0,0557 x_1 x_3 - 0,0829 x_2 x_3$	0,9491

* Extrato de malte Pilsen = x_1 ; Extrato de malte torrado = x_2 ; Açúcar = x_3 .

As variáveis gaseificação, sabor, impressão global e intenção de compra foram influenciadas significativamente ($p \leq 0,05$) pelas concentrações de EMP, EMT e A. Já a cor foi influenciada significativamente ($p \leq 0,05$) somente pelas concentrações de EMT e A.

3.4.1. Cor

Na Figura 8 é apresentado o gráfico de superfície de resposta da nota hedônica do atributo cor, representando o comportamento desse atributo em relação às concentrações de EMT e A. Nota-se que maiores notas hedônicas para esse atributo podem ser obtidas com concentrações medianas de EMT e elevadas de A, independente da concentração de EMP. Observa-se dentro da região estudada, que o valor máximo previsto pelo modelo foi 8,02, que ocorreu em $x_2 = 0,4036$ e $x_3 = 1,6818$, o qual corresponde a 10,67 % de EMT e 12,01 % de A, respectivamente.

A média hedônica prevista para o atributo cor situou entre as categorias “gostei muito” (nota hedônica 8) e “gostei extremamente” (nota hedônica 9), demonstrando boa aceitação sensorial.

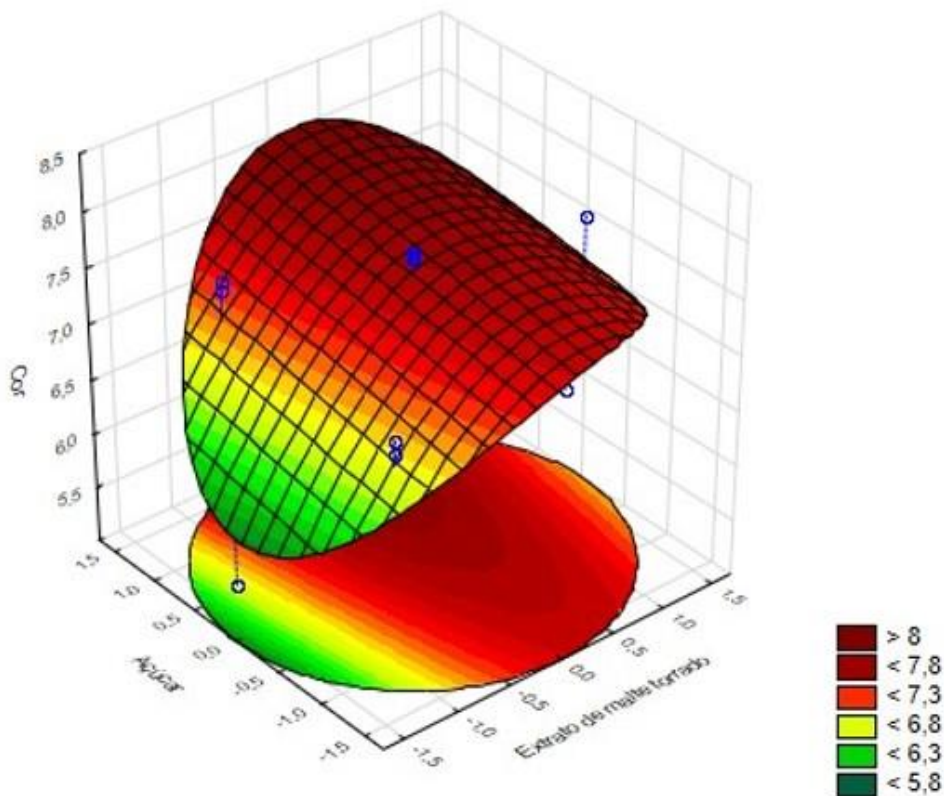
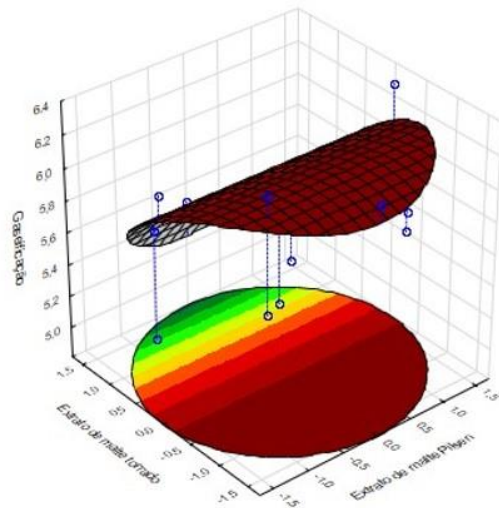


Figura 21. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte torrado e açúcar no atributo sensorial cor.

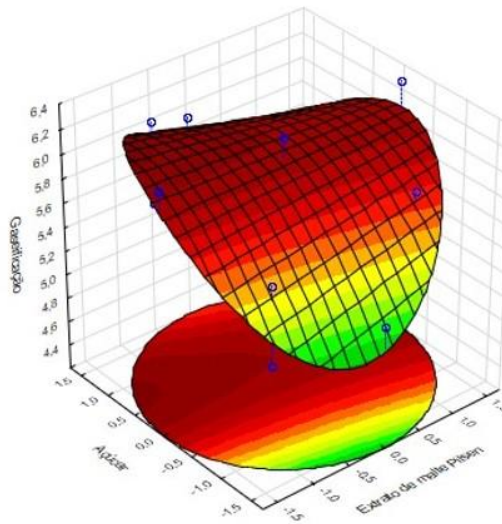
3.4.2. Gaseificação

Os gráficos de superfície de resposta das notas hedônicas do atributo gaseificação são apresentados na Figura 9, representando o comportamento desse atributo em relação às concentrações de EMP, EMT e A. Foi possível observar que as notas hedônicas para esse atributo aumentaram para formulações com concentrações menores de EMP e EMT e elevadas de A. Observa-se dentro da região estudada, que o valor máximo previsto pelo modelo foi 6,30, que ocorreu em $x_1 = -1,4127$, $x_2 = -0,7400$ e $x_3 = 0,6727$, o qual corresponde a 0,79 % de EMP, 4,81 % de EMT e 8,40 % de A.

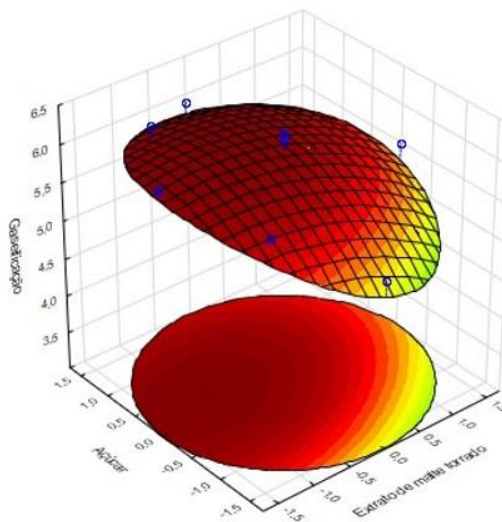
A média de aceitação prevista para o atributo gaseificação situou entre as categorias “gostei ligeiramente” (nota hedônica 6) e “gostei moderadamente” (nota hedônica 7), indicando boa aceitação sensorial.



A



B



C



Figura 22. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar no atributo sensorial gaseificação em que: (A) A = 0; (B) EMT = 0; (C) EMP = 0.

3.4.3. Sabor

Na Figura 10 são apresentados os gráficos de superfície de resposta do atributo sabor, representando o comportamento desse atributo em relação às concentrações de EMP, EMT e A. Pode-se observar que as maiores notas hedônicas desse atributo podem ser obtidas com concentrações medianas de EMP, menores de EMT e elevadas de A. Dentro da região estudada, o modelo prevê um valor máximo de 6,62, que ocorreu em $x_1 = -0,2018$, $x_2 = -1,4800$ e $x_3 = 0,8745$, o qual corresponde a 4,40 % de EMP, 1,02 % de EMT e 9,12 % de A.

A média hedônica prevista para o atributo sabor situou entre as categorias “gostei ligeiramente” (nota hedônica 6) e “gostei moderadamente” (nota hedônica 7), demonstrando boa aceitação sensorial.

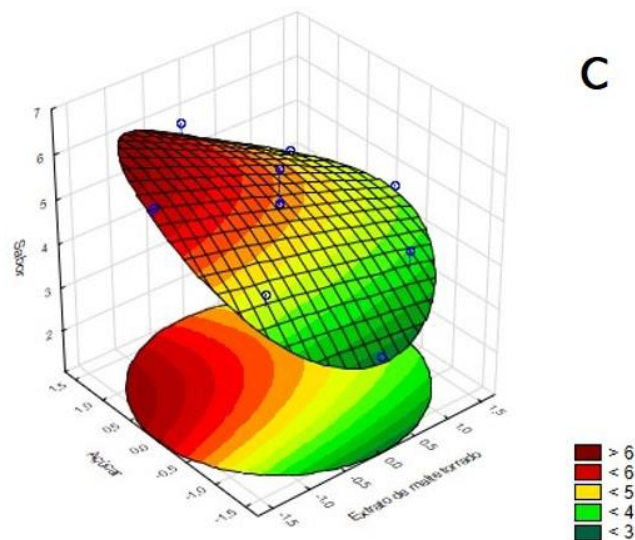
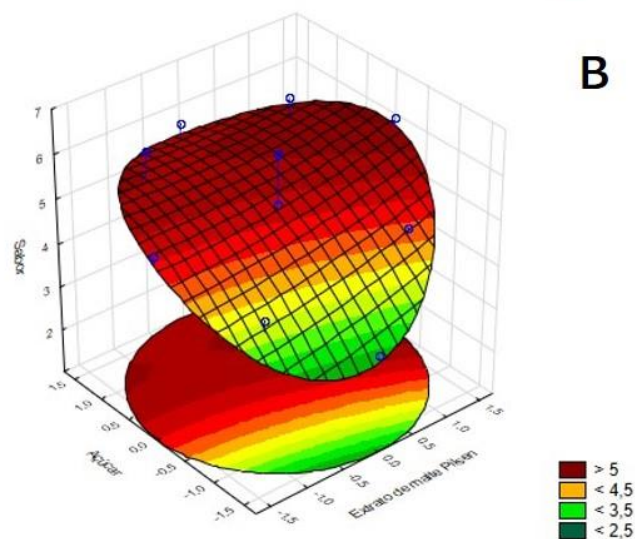
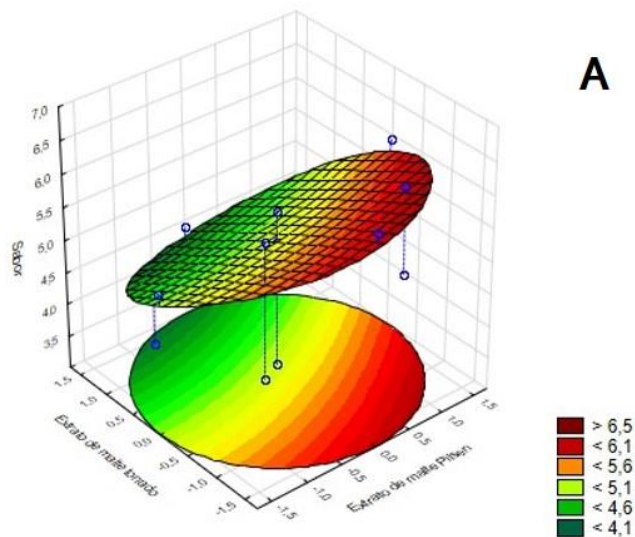


Figura 23. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar no atributo sensorial sabor em que: (A) $A = 0$; (B) $EMT = 0$; (C) $EMP = 0$.

3.4.4. Impressão global

Os gráficos de superfície de resposta das notas hedônicas do atributo impressão global são apresentados na Figura 11, representando o comportamento desse atributo em relação às concentrações de EMP, EMT e A. Nota-se que maiores notas hedônicas desse atributo podem ser obtidas com concentrações menores de EMP e EMT e elevadas de A. Dentro da região estudada, o modelo prevê um valor máximo de 6,35, que ocorreu em $x_1 = -0,6054$, $x_2 = -1,2109$ e $x_3 = 1,0763$, o qual corresponde a 3,20 % de EMP, 2,40 % de EMT e 9,84 % de A.

A média de aceitação prevista do atributo impressão global situou entre as categorias “gostei ligeiramente” (nota hedônica 6) e “gostei moderadamente” (nota hedônica 7), indicando boa aceitação sensorial.

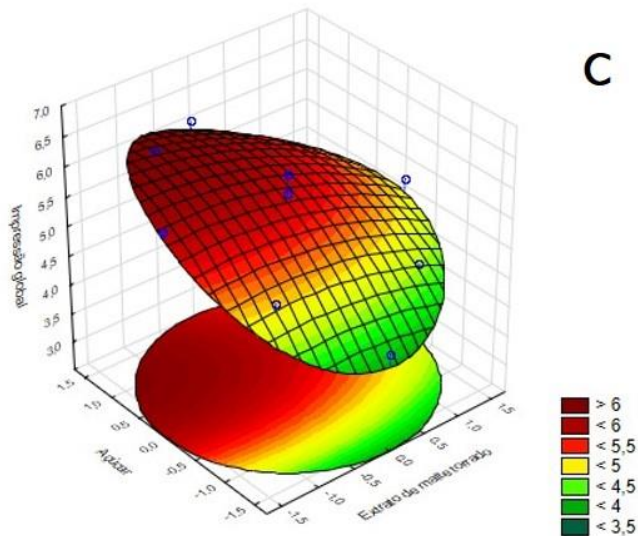
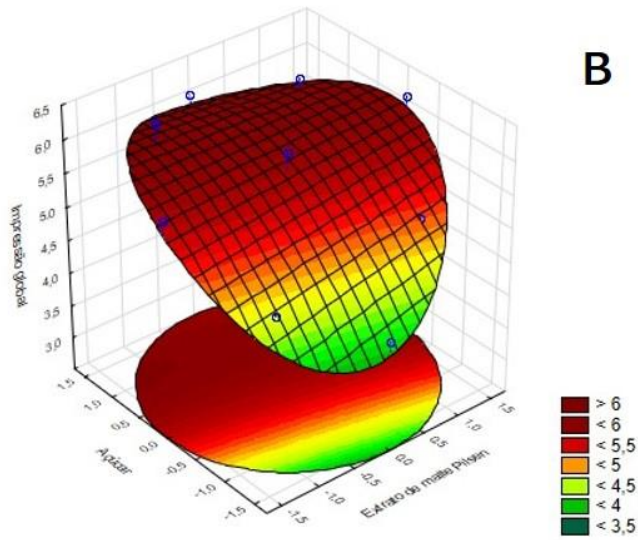
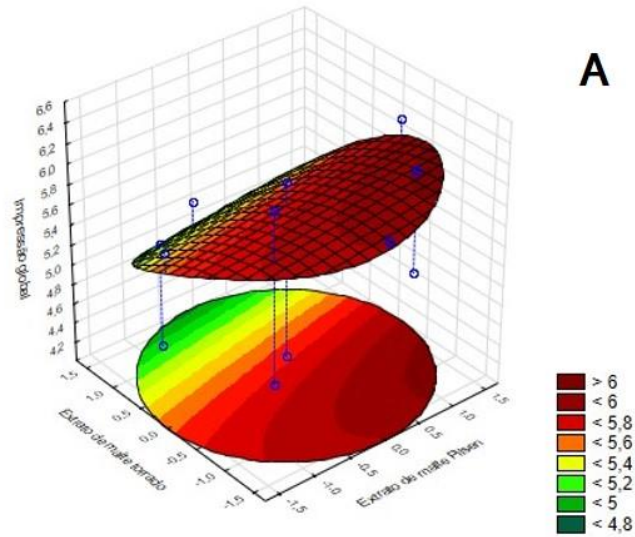


Figura 24. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar no atributo sensorial impressão global em que: (A) $A = 0$; (B) $EMT = 0$; (C) $EMP = 0$.

3.4.5. Intenção de compra

Na Figura 12 são apresentados os gráficos de superfície de resposta do atributo sensorial intenção de compra, representando o comportamento dessa variável em relação às concentrações de EMP, EMT e A. Nota-se que maiores notas hedônicas desse atributo podem ser obtidas com concentrações medianas de EMP, menores de EMT e elevadas de A. Observa-se dentro da região estudada, que o valor máximo previsto pelo modelo foi 3,12, que ocorreu em $x_1 = 0,3364$, $x_2 = -1,4127$ e $x_3 = 0,9418$, o qual corresponde a 6,00 % de EMP, 1,37 % de EMT e 9,36 % de A.

A média de intenção de compra prevista, de acordo com a escala de 1 a 5, situou entre as notas 3 (“talvez compraria/talvez não compraria”) e 4 (“provavelmente compraria”).

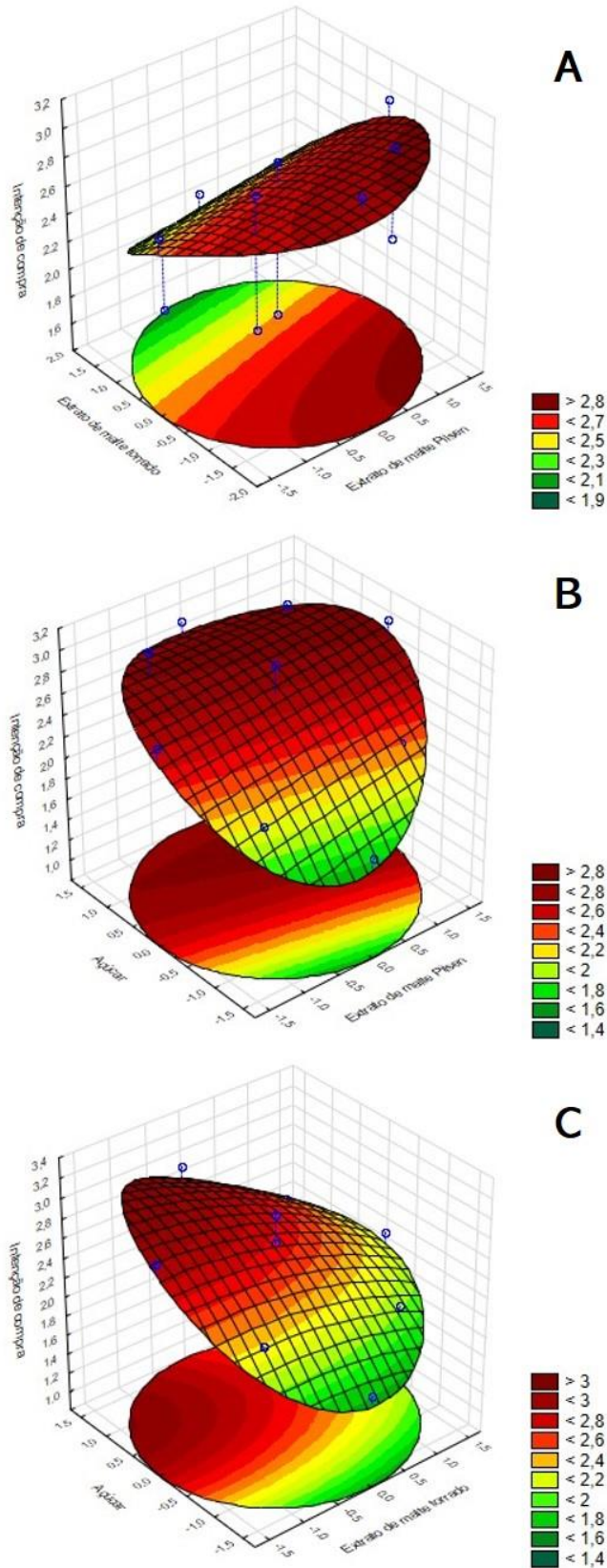


Figura 25. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar na intenção de compra em que: (A) A = 0; (B) EMT = 0; (C) EMP = 0.

3.5. Otimização dos parâmetros nos atributos sensoriais do refrigerante

Para se obter a desejabilidade global para a formulação do refrigerante, foi necessário calcular previamente as desejabilidades individuais de cada uma das variáveis resposta analisadas e que foram influenciadas significativamente ($p \leq 0,05$) pelas concentrações de extrato de malte Pilsen (EMP), extrato de malte torrado (EMT) e açúcar (A).

Para as variáveis resposta que se desejam maximizar (cor, gaseificação, sabor, impressão global e intenção de compra), o valor alvo (T) considerado foi o valor máximo estimado pelos modelos ajustados dentro do intervalo para as variáveis codificadas de -1,68 a +1,68, testadas para as concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar e o limite inferior admissível (L) foi o valor mínimo estimado dentro do mesmo intervalo.

Os valores de L e T estabelecidos para as variáveis resposta utilizadas na avaliação sensorial dos refrigerantes são apresentados na Tabela 8.

Tabela 28. Valores mínimos (L) e alvos (T) estabelecidos para os atributos sensoriais do refrigerante.

Variáveis resposta	L	T
Cor	5,9338	8,0199
Gaseificação	4,7719	6,2965
Sabor	2,9200	6,6158
Impressão global	3,8451	6,3517
Intenção de compra	1,5847	3,1237

Tendo escolhidos esses valores limites, foi calculada a desejabilidade global e obtido um gráfico de superfície de resposta (Figura 13) que apresenta o seu perfil. A desejabilidade máxima foi igual a 0,8790, obtida em valores das variáveis codificadas $x_1 = -1,2109$, $x_2 = -0,6054$ e $x_3 = 1,0763$, o que corresponde a um tratamento que utilizou, respectivamente, 1,40 % de EMP, 5,50 % de EMT e 9,84 % de A. Dentro da região estudada, estes níveis de fatores representam o conjunto de respostas mais satisfatório, sendo possível estabelecer um ponto ótimo do processamento.

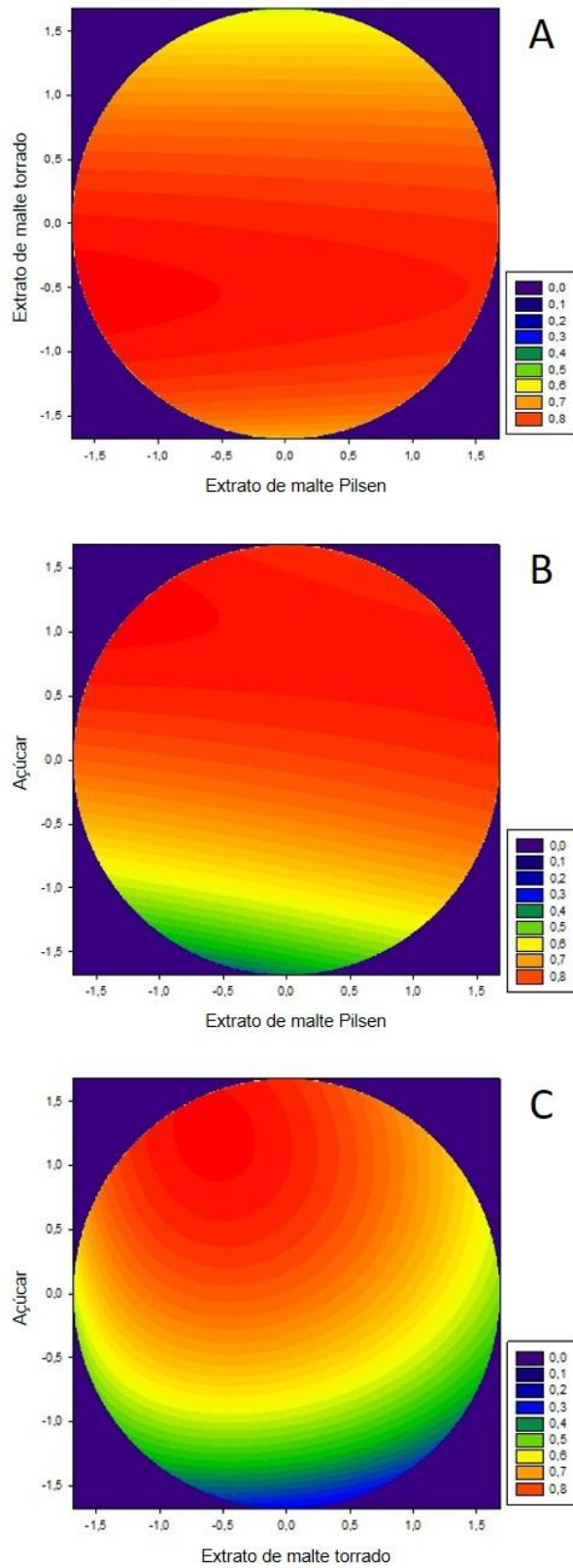


Figura 26. Gráfico de superfície resposta para o efeito combinado das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar na desejabilidade global em que: (A) $A = 1,0763$; (B) $EMT = -0,6054$; (C) $EMP = -1,2109$.

Os valores previstos para os aspectos físico-químicos pelos modelos ajustados são apresentados na Tabela 9.

Tabela 29. Aspectos físico-químicos previstos para os parâmetros otimizados do refrigerante.

Aspectos físico-químicos		Valores previstos
Acidez (g _{ac} /100 mL)		0,32
pH		2,77
Açúcar redutor (g/L)		0,22
Açúcar total (g/L)		131,79
Cor	L*	21,76
	a*	24,43
	b*	28,27

Na aceitação sensorial do refrigerante de malte, os valores previstos para os atributos sensoriais de acordo com os modelos ajustados são apresentados na Tabela 10. Ao relacionar os valores previstos encontrados com as notas da escala hedônica de nove pontos, percebe-se que para o atributo cor situou entre as categorias “gostei moderadamente” (nota hedônica 7) e “gostei muito” (nota hedônica 8). Para o atributo gaseificação e impressão global, os valores previstos situaram-se entre as categorias “gostei ligeiramente” (nota hedônica 6) e “gostei moderadamente” (nota hedônica 7). Já para atributo sabor, o valor previsto situou na categoria “gostei ligeiramente” (nota hedônica 6). Para a intenção de compra, ao relacionar o valor previsto encontrado com as notas da escala de hedônica de cinco pontos, observou-se que o valor situou na categoria “talvez compraria/talvez não compraria” (nota hedônica 3).

Tabela 30. Atributos sensoriais previstos para os parâmetros otimizados do refrigerante.

Atributos sensoriais	Valores previstos
Cor	7,5
Gaseificação	6,2
Sabor	6,0
Impressão global	6,2
Intenção de compra	3,0

4. Conclusão

Os extratos produzidos obtiveram características físico-químicas similares aos encontrados no mercado, e o malte mostrou-se uma opção para o desenvolvimento de um novo refrigerante, com aroma e sabor diferenciados.

O delineamento composto central rotacional aplicado permitiu determinar a influência das concentrações de extrato de malte Pilsen, extrato de malte torrado e açúcar, nos aspectos físico-químicos e atributos sensoriais do refrigerante. A partir desse resultado, a metodologia de superfície de resposta permitiu identificar os valores ótimos dos parâmetros estudados, que maximizam os valores desejados dos atributos sensoriais.

A otimização de múltiplas respostas usando a função desejabilidade mostrou-se uma abordagem útil na obtenção da formulação ideal de um refrigerante de malte. De acordo com a análise, a formulação otimizada apresentou boa aceitação sensorial, quanto aos atributos cor, gaseificação, sabor e impressão global, e moderada intenção de compra.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoa de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro na execução deste trabalho.

Referências

- American Public Health Association (APHA) (2001). Compendium of methods for the microbiological examination of foods (4th ed.) Washington DC: American Public Health Association 676p.
- Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. (2009). Decreto nº 6.871, de 4 de junho de 2009. Regulamento da Lei nº 8.918, de 14 de julho de 1994, sobre a padronização, a classificação, o registro, a inspeção e a fiscalização da produção e do comércio de bebidas. Brasília: Diário Oficial da União (04.06.2009).
- Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. (2013a). Instrução normativa nº 11, de 13 de março de 2013. Regulamento técnico do malte de cevada, definindo o seu padrão oficial de classificação, com os requisitos de identidade e qualidade, a amostragem, o modo de apresentação e a marcação ou rotulagem, nos aspectos referentes à classificação do produto. Brasília: Diário Oficial da União (14.03.2013).
- Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. (2013b). Instrução normativa nº 19, de 19 de junho de 2013. Regulamenta padrões de identidade e qualidade para refresco, refrigerante, bebida composta, chá e soda. Brasília: Diário Oficial da União (19.06.2013).
- Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. (2014). Portaria nº 8, de 17 de janeiro de 2014. Proposta brasileira para os Padrões de Identidade e Qualidade (PIQ) dos produtos de cervejaria no MERCOSUL. Brasília: Diário Oficial da União (17.01.2014).
- Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. (2019). Instrução Normativa nº 65, de 10 de dezembro de 2019. Estabelece os padrões de identidade e qualidade para os produtos de cerveja. Brasília: Diário Oficial da União (11/12/2019).
- Brewer, M. S., Mckeith, F. K. (1999). Consumer-rated quality characteristics as related to purchase intent of fresh pork. *Journal of Food Science-Chicago*, 64, 171-174.
- Brunelli, L. T., Mansano, A. R., Venturini Filho, W. G. (2014). Caracterização físico-química de cervejas elaboradas com mel. *Brazilian Journal of Food Technology*, 17 (1), 19-27.
- Carvalho, D. O., Øgental, L. H., Andersen, M. L., Guido, L. F. (2016). High molecular weight compounds generated by roasting barley malt are pro-oxidants in metal-catalyzed oxidations. *European Food Research and Technology*, 242 (9), 1545-1553.
- Celestino, S. M. C. (2010). Produção de refrigerantes de frutas. Planaltina, DF: Embrapa Cerrados, 29pp.
- Della Lucia, S. M., Minim, V. P. R., Carneiro, J. D. S. (2018). Análise sensorial de alimentos. In: Minim, V. P. R. (Ed). *Análise sensorial: estudo com consumidores*. (pp. 148-190). (4^a ed). Viçosa: Editora UFV.

- Derringer, G., Suich, R. (1980). Simultaneous optimization of several response variables. *Journal of Quality Technology*, 12 (4), 214–219.
- European Brewery Convention (EBC) (2005). *Analytica – EBC*. (5th ed.) Zurich: Brauerei – und Getränke – Rundschau.
- Fadel, H. H. M., Taher, M. S., Gad, A. M., Kandil, E. M., El-Aleem, F. S. A. (2015). Flavor release from a banana soft drink complex model system: Evaluation of the efficiency of different adsorbents for trapping the released volatiles during storage. *International Journal of Food Properties*, 18 (4), 796-807.
- Hansen, B., Wasdovitch, B. (2005). Malt ingredients in baked goods. *Cereal Foods World*, 50 (1), 18-22.
- Hunter Associates Laboratory (HUNTERLAB) (2001). The basics of color perception and measurement. <http://www.hunterlab.com/pdf/color.pdf>.
- Instituto Adolf Lutz (IAL). Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz. (2008). Métodos físico-químicos para análise de alimentos. São Paulo: Coordenadoria dos Serviços Técnicos Especializados, Secretaria do Estado da Saúde. (4^a ed), 1020pp.
- Kaczmarek, M., Fedorowicz-Stronska, O., Glowacka, K., Waskiewicz, A., Sadowski, J. (2017). CaCl₂ treatment improves drought stress tolerance in barley (*Hordeum vulgare* L.). *Acta Physiologiae Plantarum*, 39 (41), 11pp..
- Kasmi, M., Chatti, A., Hamdu, M., Trabelsi, I. (2016). Eco-friendly process for soft drink industries wastewater reuse as growth medium for *Saccharomyces cerevisiae* production. *Clean Technologies and Environmental Policy*, 18 (7), 2265-2278.
- Kaur, M., Bowman, J. P., Stewart, D. C., Evans, D. E. (2015). The fungal community structure of barley malts from diverse geographical regions correlates with malt quality parameters. *International Journal of Food Microbiology*, 215, 71-78.
- Keller, B., Krattinger, S. G. (2017). Genomic compartments in barley. *Plant Science*, 544, 424-425.
- Kew, W., Goodall, I., Clarke, D., Uhrin, D. (2017). Chemical diversity and complexity of scotch whisky as revealed by high-resolution mass spectrometry. *Journal of The American Society for Mass Spectrometry*, 28 (1), 200-213.
- Larsson, M., Svensson, A., Apel, J. (2019). Botanical evidence of malt for beer production in fifth–seventh century Uppåkra, Sweden. *Archaeological and Anthropological Sciences*, 11, 1961-1972.
- Montgomery, D.C., Runger, G.C. (2011). *Applied Statistics and Probability for Engineers*. John Wiley & Sons, 976pp.
- Novartis (1999). Especificação técnica. São Paulo, 1999. 1p. (cod.:

510009/510017).

- Penkina, N., Tatar, L., Odarchenco, A.; Demchenko, V. (2018). Basic ingredients and their analysis during the formation of beer quality. *Food Science and Technology*, 12 (1), 75-81.
- Peyer, L. C., De Kruijff, M., O'mahony, J., De Colli, L., Danaher, M., Zarnkow, M., Jacob, F., Arendt, E. K. (2017). *Lactobacillus brevis* R2Δ as starter culture to improve biological and technological qualities of barley malt. *European Food Research and Technology*, 243 (8), 1363-1374.
- Reis, R. C., Minim, V. P. R. (2018). Teste de aceitação. In: Minim, V. P. R. (Ed.). *Análise sensorial: estudos com consumidores* (pp. 69–85). (4ª ed). Viçosa: Editora UFV.
- Venturini Filho, W. G. (2000). *Tecnologia de cerveja*. Jaboticabal: Funep, 83pp.
- Wang, J., Yang, J., Hua, W., Wu, X., Zhu, J., Shang, Y., Zhou M. (2018). QTL Mapping reveals the relationship between pasting properties and malt extract in barley. *International Journal of Molecular Sciences*, 19 (11), 3559.
- Zeng, X., Long, H., Wang, Z., Zhao, S., Tang, Y., Huang, Z., Wang, Y., Xu, Q., Mao, L., Deng, G., Yao, X., Li, X., Bai, L., Yuan, H., Pan, Z., Liu, R., Chen, X., Wangmu, Q., Chen, M., Yu, L., Junjun, L., Dunzhu, D., Zheng, Y., Yu, S., Luobu, Z., Guang, X., Li, J., Deng, C., Hu, W., Chen, C., Taba, X., Gao, L., Lv, X., Abu, Y. B., Fang, X., Nevo, E., Yu, M., Wang, J., Tashi, N. (2015). The draft genome of Tibetan hulless barley reveals adaptive patterns to the high stressful Tibetan Plateau. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 112 (4), 1095-1100.

4. CONCLUSÃO

A pesquisa bibliográfica demonstrou que muitas tecnologias emergentes revisadas neste trabalho podem ser usadas para concentrar compostos bioativos aprimorando a funcionalidade dos alimentos líquidos. Dentre essas tecnologias estão os processos de membrana e a crioconcentração.

A centrifugação é uma técnica assistida eficaz para remover a solução concentrada da matriz de gelo na crioconcentração. Essa técnica permitiu obter altos valores de concentração de sólidos, eficiência de concentração e porcentagem de concentrado para os extratos de malte Pilsen e torrado, após otimização da temperatura de congelamento e tempo de centrifugação em cada ciclo do processo.

Os extratos produzidos obtiveram características físico-químicas similares aos encontrados no mercado, e o malte mostrou-se uma opção para o desenvolvimento de um novo refrigerante, com aroma e sabor diferenciados. A formulação prevista para o refrigerante, após otimização das concentrações de extrato de malte Pilsen e torrado e de açúcar, apresentou boa aceitação sensorial, quanto aos atributos cor, gaseificação, sabor e impressão global, e moderada intenção de compra.

APÊNDICE

APÊNDICE 1. Metodologia detalhada

O estudo foi desenvolvido nos Laboratórios de Tecnologia de Alimentos; Operações Unitárias; Química dos Alimentos, Microbiologia de Alimentos e Análise Sensorial do Departamento de Engenharia de Alimentos, no Centro de Ciências Agrárias e Engenharias da Universidade Federal do Espírito Santo, campus Sul Capixaba.

A1.1 Produção dos mostos de malte

O processamento do malte de cevada para produção do extrato de malte foi realizado em batelada, seguindo a metodologia adaptada de Brunelli, Mansano e Venturini Filho (2014). Uma visão geral do protocolo experimental é exibida na Figura 1.

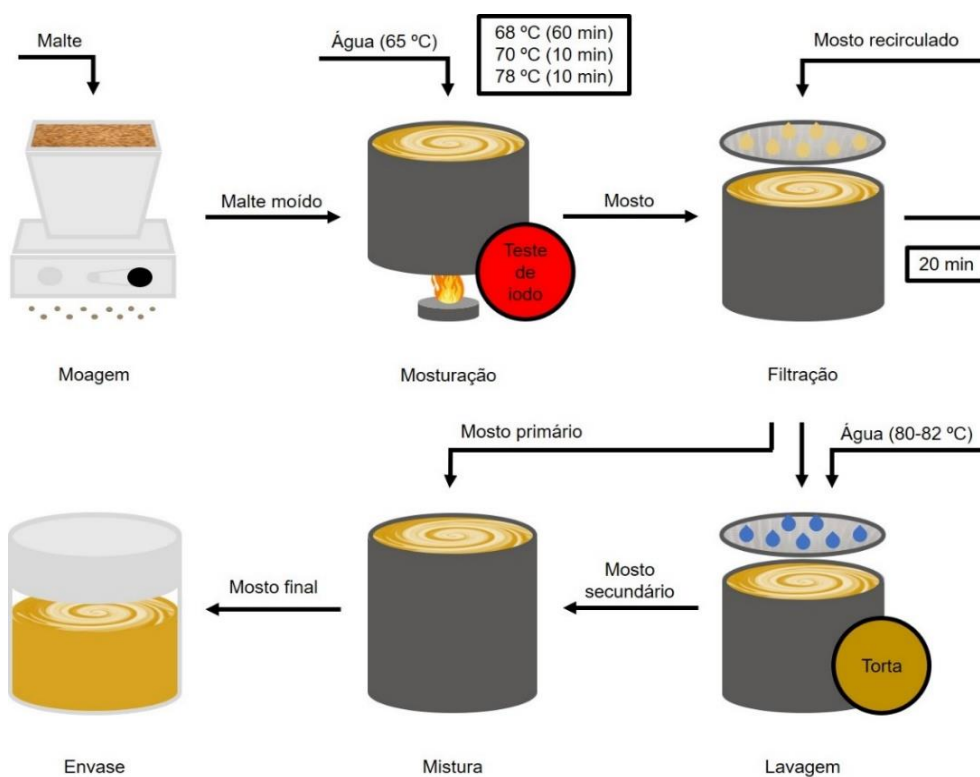


Figura 27. Protocolo experimental para produção do mosto de malte.

Fonte: O autor (2020).

Para produção de 20 L de mosto, os maltes do tipo claro (2,5 kg) e escuro (2,5 kg) foram moídos, a seco, em moinho de discos (moinho para café elétrico, Botini) para a quebra dos grãos e exposição do amido. Em seguida, os maltes moídos, separadamente, foram introduzidos na tina de mostura, contendo 12 L de água mineral previamente aquecida a 65 °C. Para a etapa de mosturação, a temperatura da mistura foi mantida a 68 °C por 60 minutos e em seguida foi elevada para 70 °C, permanecendo por 10 minutos. Ao final da mosturação foi realizado o teste de iodo e confirmando-se a sacarificação total do amido, a temperatura do mosto foi elevada a 78 °C por um período de 10 minutos.

Na etapa seguinte, o mosto foi recirculado e filtrado na tina de mosturação, e então separado do bagaço de malte, tornando-se menos turvo. Esse procedimento foi repetido por aproximadamente 20 minutos, até que o mosto estivesse limpo, sem resíduos de casca, e cristalino. A filtração convencional ocorreu sob pressão atmosférica, sendo a própria torta (bagaço de malte) usada como elemento filtrante.

Depois da filtração do mosto primário, a torta foi lavada com 8 L de água mineral com temperatura de 80 e 82 °C para extração do açúcar residual, obtendo-se o mosto secundário que foi adicionado ao mosto primário, obtendo-se, assim, o mosto de malte final.

Referências bibliográficas

BRUNELLI, L. T.; MANSANO, A. R.; VENTURINI FILHO, W. G. Caracterização físico-química de cervejas elaboradas com mel. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 17, n. 1, p. 19-27, 2014.

ANEXOS

ANEXO 1. Ficha de aceitação sensorial e intenção de compra

Nome: _____ Idade: _____

Por favor, anote o código da amostra, prove-a e indique o quanto você gostou ou desgostou do produto quanto aos atributos cor, aroma, gaseificação, sabor e impressão global (o produto como um todo). Anote no espaço de cada atributo o número referente à resposta que melhor reflita seu julgamento.

9 – Gostei extremamente	Cor	
8 – Gostei muito	Aroma	
7 – Gostei moderadamente	Gaseificação	
6 – Gostei ligeiramente	Sabor	
5 – Indiferente	Impressão global	
4 – Desgostei ligeiramente		
3 – Desgostei moderadamente		
2 – Desgostei muito		
1 – Desgostei extremamente		

Código da amostra: _____

Por favor, marque a resposta que melhor corresponde à sua intenção de compra:

Definitivamente compraria
 Provavelmente compraria
 Talvez compraria / talvez não compraria
 Provavelmente não compraria
 Definitivamente não compraria

Comentários: _____

Figura 28. Ficha de aceitação sensorial e intenção de compra.

Fonte: O autor (2020).