

**UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
MESTRADO PROFISSIONAL EM TECNOLOGIA DE ALIMENTOS**

ELENIR LILA LEOBET

**INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DE PROCESSO NA FORMAÇÃO
DO AROMA E SABOR INDESEJADO DE CEREAL EM CAFÉ
AGLOMERADO**

DISSERTAÇÃO

**LONDRINA
2013**

ELENIR LILA LEOBET

**INFLUÊNCIA DOS PARÂMETROS DE PROCESSO NA FORMAÇÃO
DO AROMA E SABOR INDESEJADO DE CEREAL EM CAFÉ
AGLOMERADO**

Dissertação de mestrado, apresentado ao Curso de Mestrado Profissional em Tecnologia de Alimentos, da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR, Câmpus Londrina, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Tecnologia de Alimentos.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Alessandra Machado Lunkes

Coorientador: Prof. Dr. Alexandre Trindade Alfaro

LONDRINA
2013

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Biblioteca UTFPR - Câmpus Londrina

L576i Leobet, Elenir Lila
Influência dos parâmetros de processo na formação do aroma e sabor indesejado de cereal em café aglomerado/ Elenir Lila Leobet.- Londrina: [s.n.], 2013.
XV, 110 f. : il. ; 30 cm.

Orientadora: Prof.^a Dr^a Alessandra Machado Lunkes
Co-orientador: Prof. Dr^a Alexandre Trindade Alfaro
Dissertação (Mestrado) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos. Londrina, 2013.
Bibliografia: f. 90-103

1. Café solúvel. 2. Café - Avaliação sensorial. 3. Alimentos - Aroma. 4. Sabor. I. Lunkes, Alessandra Machado, orient. II. Alfaro, Alexandre Trindade, co-orient. III. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. IV. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos. V. Título.

CDD: 663.93

FOLHA DE APROVAÇÃO
Título da Dissertação Nº 09

**“Influência dos Parâmetros de Processo na
Formação do Aroma e Sabor Indesejado de Cereal
em Café Aglomerado”**


por

Elenir Lila Leobet


Esta dissertação foi apresentada como requisito parcial à obtenção do grau de MESTRE EM TECNOLOGIA DE ALIMENTOS – Área de Concentração: Tecnologia de Alimentos, pelo Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos – PPGTAL – da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR – Câmpus Londrina, às 14h do dia 08 de novembro de 2013. O trabalho foi aprovado pela Banca Examinadora, composta por:


Profª. Alessandra Machado Lunkes, Dra.
(Presidente)


Prof. Fabio Augusto Garcia Coró, Dr.
(UTFPR Câmpus Londrina)


Prof. José Italo Candêo Fontanini, Dr.
(Cia Café Iguaçu)

Visto da coordenação:


Prof. Marly S. Katsuda, Dra.
(Coordenadora do PPGTAL)

Dedico este trabalho à minha mãe por todo o esforço dispensado a minha formação.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a minha orientadora Dra. Alessandra Machado-Lunkes pela sabedoria com que me guiou nesta trajetória e por toda paciência.

Ao meu co-orientador Dr. Alexandre da Trindade Alfaro por todas as orientações e apoio.

A professora Msc. Sheila Oro por todas as preciosas orientações.

A Café Iguaçu por proporcionar condições para realização dessa pesquisa.

Ao Dr. Marcelo C. Viegas por toda ajuda dispensada durante a pesquisa.

Ao meu marido Cristiano Lourenço de Lima que soube compreender todas as horas da minha dedicação ao presente trabalho.

A Secretaria do Curso, aos colegas e professores, pela cooperação.

Gostaria de deixar registrado também, o meu reconhecimento à minha família, pois acredito que sem o apoio deles seria muito difícil vencer esse desafio.

Enfim, a todos os que por algum motivo contribuíram para a realização desta pesquisa.

RESUMO

LEOBET, Elenir Lila. **Influencia dos parâmetros de processo na formação do aroma e sabor indesejado de cereal em café aglomerado**. 2013. 113 f. Dissertação (Mestrado Profissional em Tecnologia de Alimentos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Londrina, 2013.

O café solúvel aglomerado é produto da aglomeração do café solúvel em pó. A sua produção envolve etapas de processo cujas variações térmicas modificam qualitativamente e quantitativamente a fração de compostos voláteis responsáveis pelo aroma e sabor do produto acabado. A indústria de bebidas de café considera o sabor e aroma de cereal como um defeito na produção de café solúvel aglomerado. Desta forma, este trabalho objetivou aplicar o planejamento experimental para avaliação dos parâmetros de processo da produção de café solúvel aglomerado em escala industrial. Os efeitos destes parâmetros nos componentes voláteis do café e na intensidade do gosto de cereal foram avaliados através do planejamento fracionário 2^{4-1} com resolução IV. As variáveis independentes estudadas foram temperatura do queimador (TQ), fluxo de ar de processo (FA), temperatura da seção quente do leito (TL) e pressão de vapor (PV). Os resultados do planejamento experimental deram-se pela utilização de análise sensorial conduzida por equipe treinada para a detecção do aroma e sabor indesejado. Adicionalmente, os compostos voláteis foram extraídos pela técnica microextração em fase sólida com amostragem no *headspace* (HS-MFES), identificados e quantificados por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massa (CG-EM). O efeito dos fatores estudados foi avaliado mediante análise de variância (ANOVA) com nível de significância de 90% e os resultados expressos por gráficos de pareto. A análise de componentes principais (ACP) foi realizada com o intuito de identificar dentre os compostos que podem conferir sabor e aroma de cereais aqueles tem a maior contribuição e quais as condições de processo ideais para evitar a formação do sabor e aroma de cereal. De acordo com ACP foi constatado que piridina, 2-metoxi-4-vinilfenol, 2,3-dimetilpirazina, 2,5-dimetilpirazina, 2,6-dimetilpirazina, 4-metilthiazol, pirazina, 2-metoxifenol, 4,5-dimetiltiazol contribuem para formação do sabor e aroma de cereal. Também indicou que a aglomeração deve ocorrer conforme TQ=215°C, FA=250rpm, TL=120°C e PV=1,2 x100KPa.

Palavras-chave: Café Solúvel. Planejamento fatorial. HS-MEFS. CG-ME. ACP.

ABSTRACT

LEOBET, Elenir Lila. **Influence of the process parameters in the formation of unwanted flavor and aroma of cereal in agglomerated coffee.** 2013. 113 f. Dissertação (Mestrado Profissional em Tecnologia de Alimentos) - Federal Technology University - Paraná. Londrina, 2013.

The agglomerated instant coffee is the product of the powder instant coffee agglomeration. Its production involves stages of processes whose thermal variations change qualitatively and quantitatively the volatile compounds fractions responsible for the aroma and flavor of the finished product. The coffee beverage industry considers the cereal like flavor and aroma as a fault in the production of the agglomerated instant coffee. In this way, this study had as the aim to apply experimental plan to evaluate the parameters of the processes of the agglomerated instant coffee production on an industrial scale. The effects of those parameters in the coffee volatile components and in the intensity of the cereal taste were evaluated through the fractional 2^{4-1} with resolution IV. The independent variables studied were the burner temperature (BT), the process air flow (AF), the temperature of the fluidized bed hot section (LT) and the steam pressure (SP). The results of the experimental plan were made by the use of sensory analysis performed by a trained team for the detection of the undesired aroma and flavor. Additionally, the volatile compounds were extracted by solid-phase microextraction technique with sampling in the headspace (HS-SPME), identified and quantified by gas chromatography coupled to mass spectrometry (GC-MS). The effect of the factors studied was evaluated by variance analysis (ANOVA) with significance level of 90% and the results showed by Pareto charts. The principal components analysis (PCA) was made with the aim to identify, among several compounds, those that implies on more cereal flavor and aroma, those which major contribution and which ideal process conditions could be used to reduce the cereal flavor and aroma development. According to PCA, it was found that pyridine, 2-metoxi-4-vinylphenol, 2,3-dimethylpyrazine, 2,5-dimetylpyrazine, 2,6-dimethylpyrazine, 4-methylthiazol, pyrazine, 2-methoxyphenol, 4,5-dimethylthiazol contribute to the development of the cereal flavor and aroma. It was also found that the agglomeration must be according to TQ = 215°C, AF=250 rpm, LT=120°C and EPV = 1,2 x 100 KPa.

Keywords: Instant Coffee. Factorial Design. GC-MS. HS-SPME. PCA.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 -	Fluxograma simplificado da produção do café solúvel em pó.....	23
Figura 2 -	Esquema piloto de um aglomerador com jato de vapor.....	26
Figura 3 -	Fluxograma simplificado do processo de aglomeração de café solúvel.....	28
Figura 4 -	Estrutura química de alguns compostos encontrados no café torrado.....	31
Figura 5 -	Desenho esquemático do aglomerador industrial para o qual: (1) moegas, (2) silo de alimentação, (3) moinho de pinos, (4) calha vibratória, (5) bicos do aglomerador, (6) câmara de secagem, (7) leito fluidizado, (8) peneira vibratória.....	43
Figura 6 -	Distribuição não normal das respostas originais da avaliação Sensorial.....	56
Figura 7 -	Distribuição normal transformados em logaritmo neperiano (ln) da avaliação sensorial.....	57
Figura 8 -	Efeitos padronizados da avaliação sensorial.....	59
Figura 9 -	Cromatograma dos compostos voláteis no café solúvel aglomerado.....	60
Figura 10A -	Gráfico de Pareto dos compostos voláteis onde as condições processo e as interações não foram significativos ($p \leq 0,10$).....	67
Figura 10B -	Gráfico de Pareto dos compostos voláteis onde as condições processo e as interações não foram significativos ($p \leq 0,10$).....	68
Figura 10C -	Gráfico de Pareto dos compostos voláteis onde as condições processo e as interações não foram significativos ($p \leq 0,10$).....	69
Figura 11A -	Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a temperatura da seção quente do leito foi significativo ($p \leq 0,10$).....	71
Figura 11B -	Gráfico de Pareto para o composto volátil onde as interações (temperatura do queimador por temperatura da seção do leito e por pressão de vapor) são significativos ($p \leq 0,10$).....	71
Figura 11C -	Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a interação (temperatura do queimador por temperatura da seção do leito) é significativo ($p \leq 0,10$).....	71
Figura 11D -	Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a temperatura	

	da seção do leito é significativo ($p \leq 0,10$)	72
Figura 11E -	Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a pressão de vapor, temperatura do queimador e a interação (temperatura do queimador por pressão de vapor) são significativos ($p \leq 0,10$)	72
Figura 11F -	Gráfico de Pareto para o composto volátil onde o fluxo de ar de processo é significativo ($p \leq 0,10$)	72
Figura 11G -	Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a temperatura da seção do leito, o fluxo de ar de processo, a interação (temperatura do queimador por fluxo de ar de processo) e pressão de vapor são significativos ($p \leq 0,10$)	73
Figura 11H -	Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a interação (temperatura do queimador por fluxo de ar de processo) e fluxo de ar de processo são significativos ($p \leq 0,10$)	73
Figura 12A -	Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a temperatura do queimador e fluxo de ar de processo são significativos ($p \leq 0,10$)	73
Figura 12B -	Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a pressão de vapor, fluxo de ar de processo e as interações entre temperatura do queimador por pressão de vapor e por fluxo de ar de processo são significativos ($p \leq 0,10$)	77
Figura 12C -	Gráfico de Pareto para o composto volátil onde o fluxo de ar de processo e pressão de vapor são significativos ($p \leq 0,10$)	77
Figura 12D -	Gráfico de Pareto para os compostos solúveis onde todas as variáveis e interações do processo de aglomeração foram significativos ($p \leq 0,10$)	77
Figura 12E -	Gráfico de Pareto para o composto volátil onde todas as variáveis e interações do processo de aglomeração foram significativos ($p \leq 0,10$)	78
Figura 12F -	Gráfico de Pareto para o composto volátil onde fluxo de ar de processo, temperatura do queimador, pressão de vapor, temperatura da seção do leito e as interações entre temperatura do queimador por pressão de vapor são significativos ($p \leq 0,10$)	78
Figura 12G -	Gráfico de Pareto para o composto volátil onde fluxo de ar de processo, temperatura da seção do leito, pressão de vapor, temperatura do queimador e as interações entre temperatura	

do queimador por temperatura da seção do leito são significativos ($p \leq 0,10$)	78
Figura 12H – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde fluxo de ar de processo, temperatura da seção do leito, pressão de vapor e as interações entre temperatura do queimador por pressão de vapor, por temperatura da seção do leito e por fluxo de ar de processo são significativos ($p \leq 0,10$).....	79
Figura 12I - Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a temperatura da seção do leito foi significativo ($p \leq 0,10$)	79
Figura 12J – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde fluxo de ar de processo foi significativo ($p \leq 0,10$)	79
Figura 12K – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde o fluxo de ar de processo foi significativo ($p \leq 0,10$)	80
Figura 12L – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde fluxo de ar de processo, temperatura da seção do leito, pressão de vapor e as interações entre temperatura do queimador por pressão de vapor são significativos ($p \leq 0,10$).....	80
Figura 12M – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a temperatura da seção do leito, pressão de vapor, temperatura do queimador e as interações temperatura do queimador por temperatura da seção do leito, por fluxo de ar de processo e por pressão de vapor são significativos ($p \leq 0,10$)	80
Figura 12N – Gráfico de Pareto para os compostos solúveis onde todas as variáveis e interações do processo de aglomeração foram significativos ($p \leq 0,10$)	81
Figura 12O - Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a interação da temperatura do queimador por fluxo de ar de processo foi significativo ($p \leq 0,10$)	81
Figura 12P – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a pressão de vapor, fluxo de ar de processo, temperatura do queimador e as interações entre temperatura do queimador por temperatura da seção do leito, por fluxo de ar de processo e por pressão de vapor são significativos ($p \leq 0,10$).....	81

Figura 12Q - Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a interação da temperatura do queimador por fluxo de ar de processo foi significativo ($p \leq 0,10$)	82
Figura 12R – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a temperatura da seção do leito, pressão de vapor as interações entre temperatura do queimador por pressão de vapor e por fluxo de ar de processo são significativos ($p \leq 0,10$).....	82
Figura 12S – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a temperatura da seção do leito, pressão de vapor, fluxo de ar de processo, temperatura do queimador e as interações entre temperatura do queimador por pressão de vapor e por temperatura da seção do leito são significativos ($p \leq 0,10$)	82
Figura 12T – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde fluxo de ar de processo foi significativo ($p \leq 0,10$)	83
Figura 12U – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde fluxo de ar de processo e as interações entre temperatura do queimador por fluxo de ar de processo e por pressão de vapor são significativos ($p \leq 0,10$).....	83
Figura 12V – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde o fluxo de ar de processo é significativo ($p \leq 0,10$).....	83
Figura 13 – Gráfico da ACP para influência das condições de processo sobre o teor de piridina (8), pirazina (9), 4-metiltiazol (10), 2,5-dimetilpirazina (12), 2,6-dimetilpirazina (13), 2,3-dimetilpirazina (14), 4,5-dimetiltiazol (15), 2-etil-3-metilpirazina (16), 2-furfuriltiol (23), 2-metoxifenol (35), 2-feniletanol (37), 4-etil-2-etoxifenol (39), 2-metoxi-4-vinilfenol (41) e AS (avaliação sensorial)	86
Figura 14 – Gráfico de ACP para influência das condições processo sobre os ensaios.....	88

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Café verde beneficiado da safra 2010/2011.....	18
Tabela 2 -	Composição química aproximada do café solúvel	22
Tabela 3 -	Classes químicas de compostos voláteis encontradas no café torrado.....	29
Tabela 4 -	Grupos olfatométricos propostos por Bassoli (2006)	33
Tabela 5 -	Questões fundamentais para a escolha da metodologia sensorial	39
Tabela 6 -	Tabela de quantidade de amostra e água quente (70°C) por xícara utilizada na primeira etapa de treinamento	45
Tabela 7 -	Tabela de quantidade de amostra e água no início de fervura (70°C) por xícara utilizada na segunda etapa de treinamento.....	47
Tabela 8 -	Valores e níveis aplicados no planejamento experimental.....	50
Tabela 9 -	Níveis reais e codificados referentes planejamento experimental fracionado de Resolução IV	50
Tabela 10 -	Nível de significância para os provadores em função a discriminação das amostras ($p_{amostras}$) (p do teste F para amostras) e em função da repetibilidade ($p_{repetição}$) (p do teste F para repetição).....	53
Tabela 11 -	Média de cada provador e da equipe.....	53
Tabela 12 -	Resultado e média da intensidade do atributo por provador e para cada ensaio.....	55
Tabela 13 -	ANOVA para dados transformados da avaliação sensorial.....	57
Tabela 14 -	Estimativa dos efeitos e coeficientes dos dados transformados da Avaliação Sensorial.....	58
Tabela 15 -	Compostos voláteis avaliados no café solúvel aglomerado	61
Tabela 16 -	Resultado da quantificação dos compostos voláteis.....	63
Tabela 17 -	Descrição dos efeitos principais e interações dos efeitos aplicados nos Gráficos de Pareto.....	66
Tabela 18 -	Compostos voláteis relacionados com sabor e aroma de cereal	75
Tabela 19 -	Extração dos componentes principais por ACP para o comportamento dos compostos com aroma e sabor de cereal no café solúvel aglomerado em função das variações da temperatura do queimador, pressão de vapor, fluxo de ar de processo e temperatura da seção do leito.....	84

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS E NOTAÇÕES

ABIC	Associação Brasileira das Indústrias de Café
A, B e C	Código Para as Amostras na Avaliação Sensorial
ABICS	Associação Brasileira das Indústrias de Café Solúvel
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ACP	Análise de Componente Principais
ÁCER	Tipo de Arvore Onde é Extraída a Seiva Bruta Para Produção do Xarope de Ácer
CG	Cromatografia Gasosa
CG-EM	Cromatografia Gasosa Acoplada a Espectometria de Massa
CG-FID/O	Cromatografia Gasosa Acoplada a Detector de Ionização de Chama e Olfatometria
CWX	Carbowax Polímeros de Recobrimento de Fibras em Análise de MEFS
DVD/CAR/PDMS	Divinylbenzene /Carboxen/ Polydimethy Isiloxane Polímeros de Recobrimento de Fibras em Análise de MEFS
DOE	Experimental Design
EMBRAPA	Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
HEADSPACE	Espaço livre de um excipiente, na parte superior de uma amostra
HS	Headspace
HS-MEFS	Micro Extração em Fase Sólida com Amostragem no Hedspace
KS	Teste de Kolmogorov Smirnov
LN	Logaritmo Nepriano
MAPA	Mistério da Agricultura
MEFS	Micro Extração em Fase Sólida
PA	Poliacrilato Polímeros de Recobrimento de Fibras em Análise de MEFS
Perfil Livre	Técnica Sensorial Descritiva
PDMS	Polydimethy Isiloxane Polímeros de Recobrimento de Fibras em Análise de MEFS
PDMS/ CAR	Polydimethy Isiloxane/Carboxen Polímeros de Recobrimento de Fibras em Análise de MEFS
SPME	Solid Phase Micro-Extraction

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	15
2 OBJETIVOS	17
2.1 OBJETIVO GERAL	17
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	17
3 REFERENCIAL TEÓRICO	18
3.1 PRODUÇÃO E CONSUMO DE CAFÉ	18
3.2 ASPECTOS GERAIS DA BOTÂNICA E VARIEDADES DO CAFÉ	20
3.3 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO CAFÉ	21
3.4 PRODUÇÃO DE CAFÉ SOLÚVEL EM PÓ	22
3.5 PROCESSO E PRODUTOS AGLOMERADOS DA INDÚSTRIA ALIMENTÍCIA	24
3.6 PROCESSO DE AGLOMERAÇÃO DE CAFÉ SOLÚVEL	27
3.7 COMPOSTOS VOLÁTEIS PRESENTES NO CAFÉ	28
3.7.1 Café Torrado e Moído	28
3.7.2 Café Solúvel em Pó	33
3.7.3 Extração e Isolamento dos Compostos Voláteis do Café	35
3.7.4 Análise e Identificação dos Compostos Voláteis do Café	37
3.8 ANÁLISE SENSORIAL	38
3.9 ANÁLISE MULTIVARIADA	40
4 MATERIAIS E MÉTODOS	42
4.1 MATERIAL DE ESTUDO	42
4.1.1 Processo de Produção das Amostras	42
4.2 MÉTODOS	44
4.2.1 Avaliação Sensorial	44
4.2.1.1 Convite aos Provadores	44
4.2.1.2 Treinamento e Seleção dos Provadores	45
4.2.2 Avaliação Sensorial das Amostras	47
4.2.3 Micro Extração em Fase Sólida com Amostragem no <i>Headspace</i> para Análise por Cromatografia Gasosa Acoplada a Espectrômetro de Massa	48
4.2.3.1 Identificação dos Compostos Voláteis	48
4.2.3.2 Quantificação dos Compostos Voláteis	49
4.3 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL	49
4.4 TRATAMENTO DOS DADOS	51
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	52
5.1 AVALIAÇÃO SENSORIAL	52
5.1.1 Seleção dos Provadores	52
5.1.2 Avaliação Sensorial das Amostras	55
5.2 QUANTIFICAÇÃO DOS COMPOSTOS VOLÁTEIS DO CAFÉ SOLÚVEL AGLOMERADO	59
5.3 INFLUÊNCIA DAS CONDIÇÕES DE PROCESSO NOS COMPOSTOS VOLÁTEIS	65
5.3.1 Compostos Voláteis não Influenciados pelas Condições de Processo	66
5.3.2 Compostos Voláteis Influenciados pelas Condições de Processo	70
5.3.2.1 Compostos Voláteis que Conferem Qualidade Sensorial Positiva	70
5.3.2.2 Compostos Voláteis que Conferem Qualidade Sensorial Negativa	73
5.4 ANÁLISE DE COMPONENTES PRINCIPAIS	84

6 CONCLUSÃO	89
REFERÊNCIAS	90
ANEXOS	104
ANEXO 1	105
ANEXO 2	108
ANEXO 3	109

1 INTRODUÇÃO

A qualidade higiênico-sanitária, físico-química e sensorial, dentre outras características dos produtos alimentícios que são consumidos diariamente pela população, são considerados itens de importância indiscutível. No momento da aquisição destes produtos normalmente o consumidor realiza uma avaliação visual. Portanto, após o consumo podem ser percebidos problemas na qualidade relacionados ao sabor ou aroma, e estes serem considerados desagradáveis (ANVISA, 2013; MAPA, 2013).

O grande desafio das indústrias de alimentos, e especificamente na de bebidas, é disponibilizar produtos que tenham o mínimo de alteração no sabor e aroma em função do processamento. Um bom exemplo são os esforços dispensados pela indústria de café solúvel em manter as características originais da bebida do café solúvel próximo ao da bebida produzida, de forma domiciliar, como o café torrado e moído (FENNEMA; DAMODARAN; PARKIN, 2010; OLIVEIRA et al, 2011).

O processo de produção de café solúvel é dividido em várias etapas, tais como torrefação dos grãos verdes de café, extração dos sólidos solúveis a partir do café torrado, concentração e secagem do extrato de café por aspersão (*spray dried*) ou liofilização. A cada etapa ocorrem variações das condições de processo provocando alterações na temperatura, a qual, é conhecida por contribuir com as perdas ou modificações estruturais dos compostos voláteis responsáveis pelo aroma e sabor característico da bebida de café (BASSOLI, 2006).

Para produzir o café solúvel aglomerado (granulado) é necessário adicionar mais uma etapa de processamento ao café solúvel produzido por aspersão, conhecido comercialmente como café solúvel em pó. O processo mais utilizado para café solúvel é a aglomeração com vapor em cujas etapas de processo (aspersão e umidificação do pó, secagem, leite fluidizado, peneiração e envase) submetem o café solúvel a variações térmicas que modificam qualitativamente e quantitativamente a fração de compostos voláteis do produto acabado (COUTO; GONZALEZ ORTEGA; PETROVICK, 2000).

Dentro do contexto de produção de café solúvel aglomerado, constatou-se que a bebida proveniente desse produto apresentava sabor semelhante ao de

cereal. Este acontecimento, no geral, estava associado quando o produto era obtido partindo-se de café solúvel em pó proveniente da extração de café verde 100% robusta e cor de terra escura, ou seja, ricos em constituintes químicos promotores de aroma e sabor que lembram, por exemplo, café velho, mofo e alimentos cozidos, sendo que tais sabores e aromas não são apreciados pelos consumidores (DE MARIA; MOREIRA; TRUGO, 1999; NASCIMENTO; MORAIS; ROCHA, 2003).

Frente a crescente exigência do consumidor por bebidas de café com melhor qualidade sensorial, este estudo tem como objetivo identificar como as condições do processo de aglomeração do café solúvel em pó influenciam na formação do aroma e sabor indesejado de cereal no café solúvel aglomerado. Para isto avaliou-se a influência da temperatura do queimador, pressão de vapor, temperatura da seção do leito, fluxo de ar de processo na composição dos constituintes voláteis e resposta sensorial da bebida.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Definir como as condições do processo de aglomeração influenciam na formação do aroma e sabor indesejado de cereal no café solúvel aglomerado.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Produzir amostra de café solúvel aglomerado com aroma e sabor de cereal com vistas a selecionar e treinar equipe de julgadores para avaliação deste atributo;
2. Utilizar o planejamento experimental fatorial fracionado para avaliar os parâmetros que afetam a formação do aroma e sabor de cereal;
3. Identificar e quantificar os compostos voláteis do café aglomerado utilizando à cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas;
4. Utilizando a análise de componentes principais para determinar os compostos voláteis de importância odorífera para a formação do aroma e sabor de cereal;
5. Propor as condições de processo adequadas para minimizar o aparecimento de aroma e sabor de cereal.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 PRODUÇÃO E CONSUMO DE CAFÉ

O Brasil continua sendo o maior produtor de café mundial, sendo possível produzir de 30 a 35 milhões de sacas por ano. O estado de Minas Gerais é o líder com 55,5% da produção total de café cru, depois o estado do Espírito Santo com 15,2%, São Paulo com 13%, Paraná com 5,5%, Bahia com 4,8% e Rondônia com 4,2%. Os demais estados juntos produzem 1,8% (ABIC, 2012). A produção final da safra de 2010/2011 mostrou que o estado de Minas Gerais é responsável por 21.882 milhões de sacas beneficiadas, do total nacional de 32.188 milhões de sacas (AREDES; PEREIRA, 2008; MAPA, 2012). A Tabela 1 apresenta os resultados da safra 2010/2011 de café cru (café verde) no Brasil.

Tabela 1 - Café verde beneficiado da safra 2010/2011.

(continua)

U.F/Região	Produção (mil sacas de 60Kg beneficiadas)			Produtividade (sacas/ha)
	Arábica	Robusta	Total	
Minas Gerais	21882	299	22181	22,16
Sul/Centro-Oeste	10442	–	10442	20,67
Cerrado	4001	–	4001	24,83
Zona da Mata	7439	–	299	23,13
Espirito Santo	3079	–	8494	25,57
São Paulo	3111	–	3111	18,35
Paraná	1842	–	1842	24,64
Bahia	1549	741	2290	16,49
Rondonia	–	1428	1428	9,31
Mato Grosso	11	127	138	6,94
Pará	–	184	184	17,61

Tabela 1 - Café verde beneficiado da safra 2010/2011.

(conclusão)

U.F/Região	Produção (mil sacas de 60Kg beneficiadas)			Produtividade (sacas/ha)
	Arábica	Robusta	Total	
Rio de Janeiro	247	13	260	20,21
Outros	467	10	477	20,47
Brasil	32188	11296	43484	21,15

Fonte: MAPA, 2012.

Além de produtor de café, o Brasil está entre os maiores consumidores de café do mundo. No período de maio/2011 a abril/2012 foi registrado um aumento de 3,05% no consumo de café no Brasil, comparado com o mesmo período no ano anterior. Contribuíram para este aumento: o crescimento do consumo doméstico, desenvolvimento de novos produtos e melhora da qualidade do café (XLVI CONGRESSO DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE ECONOMIA, ADMISTIRAÇÃO E SOCIOLOGIA RURAL, 2008; ABIC, 2012). As exportações brasileiras trilham o mesmo caminho e foram superiores em quase todos os meses de 2011 quando comparadas ao ano de 2010 (Gráfico 1). A China, por exemplo, contribui com estes dados devido à boa aceitação do café solúvel brasileiro, pois o seu preparo é muito parecido com a bebida mais consumida pelos chineses, o chá (ABIC, 2012).

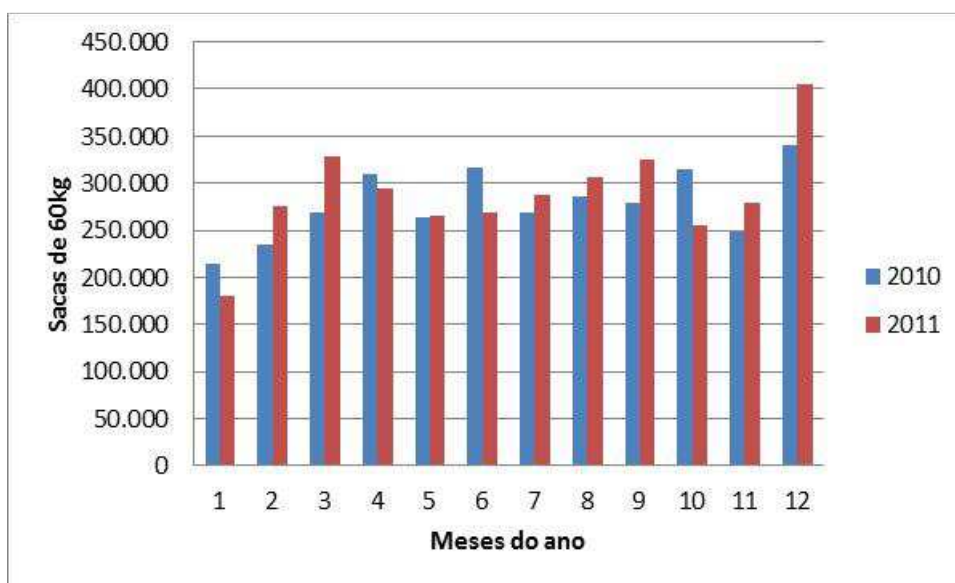


Gráfico 1 - Performance de exportação de café solúvel no Brasil em milhões de sacas de 60Kg de café cru.

Fonte: MAPA, 2012.

No mercado internacional o consumo de café solúvel apresentou um aumento expressivo de 1994 a 2004 atribuído ao aumento do consumo residencial de 26% e em bares e cafés de 51%. Até 2015, estima-se que aproximadamente 52% do consumo mundial de café ocorram na forma de café solúvel (ABICS, 2012).

Os tipos de café mais conhecidos são o arábica e o robusta e a distinção entre eles dá-se por suas características de pureza, sabor e corpo da bebida. O café arábica é um café mais fino, originando uma bebida de qualidade superior, com melhor aroma, sabor e características ácidas. O café robusta é muito utilizado nos *blends* com o arábica, conferindo mais corpo a bebida e diminuindo a acidez do café arábica (SMITH, 1985; SCHOLS et al, 2000; SOARES, et al. 2010; ABIC, 2012).

O café robusta, apesar de menos valorizado economicamente do que o arábica, em função do seu aroma e sabor inferiores, tem grande aceitação no mercado norte-americano e europeu. Isto acontece devido a sua utilização na fabricação de café solúvel, promovendo melhor rendimento por possuir mais substâncias solúveis, açúcares e cafeína quando comparado ao café arábica (COOXUPE, 2012; OLIVEIRA et al., 2012).

3.2 ASPECTOS GERAIS DA BOTÂNICA E VARIEDADES DO CAFÉ

O café deve a sua herança biológica ao gênero *Coffeae* a família das *Rubiaceae*, descritas pela primeira vez no século 18. Dentro deste gênero há mais de 6.000 espécies, pertencentes a árvores e arbustos tropicais. As plantas do café podem variar de pequenos arbustos a árvores altas, com folhas de 1 a 40 centímetros de comprimento e cor variando de roxo ou amarelo a verde escuro. Dentro do gênero *Coffea* as espécies mais difundidas são *Coffea arábica* (café arábica) e *Coffea canéfora* (café robusta ou conilon) (EMBRAPA, 2013; CAFEICULTURA, 2013).

Segundo a Resolução 12 de 1978 (ANVISA, 2012) a definição de café cru, ou café em grão, é a semente beneficiada do fruto maduro de diversas espécies do gênero *Coffea*. Além disso, a literatura mostra algumas diferenças entre o café arábica e o robusta, que vão desde o número de cromossomos (44 e 22, respectivamente), do tempo de floração e formação do fruto (7-9 a 10-11 meses),

distinções no preço, aceitabilidade e qualidade (MATIELO, 1991; CARVALHO et al., 2001).

Os grãos crus das espécies também podem ser distinguidos facilmente: o arábico é verde claro e de forma ovalar, levemente azedos e superfície lisa, enquanto o *robustaten* de ser mais arredondado e castanho (MATOS et al., 2006). A espécie também influencia na classificação sensorial da qualidade da bebida, como por exemplo, o café arábica proporciona bebida de melhor qualidade, mais finas e requintadas, de sabores diferenciados com inúmeras variações de corpo e acidez e com aroma intenso (MENDES, 1999; II SIMPÓSIO DOS CAFÉS DO BRASIL, 2001). O café robusto possui características sensoriais de acidez baixa e podem apresentar característica não desejáveis segundo provadores treinados (SOUZA et al., 2004; CAMPANHA; DIAS; BENASSI, 2006).

3.3 COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO CAFÉ

A composição química do café verde tem relação com vários atributos que, juntos, conferem ao café sabor e aromas característicos. Entre eles, podem-se destacar fatores genéticos, ambientais, as condições de manejo na produção e processamento pós-colheita (MALTA; NOGUEIRA; GUIMARÃES, 2003).

Dentre os compostos que constituem o café verde podemos citar os lipídeos, com 11,4% no café arábica e 6,1% no café robusta. As proteínas também podem ser encontradas na proporção de 11 a 13% no café verde. Além das proteínas, existem outros compostos nitrogenados como a trigonelina e a cafeína, essa última encontrada na proporção de 2,2% de matéria seca no café robusta e 1,3% no café arábica (LAGO, 2001; FRANCA, et al., 2005; NOBRES, 2011; ABIC, 2013).

Os carboidratos são os principais constituintes do grão de café e possuem várias funções na formação de aromas, estabilização de espumas, formação de sedimentos e aumento da viscosidade do extrato de café. São representados pelos polissacarídeos arabinogalactanas, galactomananas e celulose e pelo principal carboidrato de baixa massa molar, a sacarose. A hidrólise destes polissacarídeos gera alguns dos monossacarídeos presentes no grão: a manose, representando

44%, galactose (23%), arabinose (12%), glicose (15%), ramnose (1%) e xilose (2%) (CLIFORD, 1985; REDGWELL; FISCHER, 2006).

Quando se trata de café solúvel os principais polissacarídeos presentes no extrato de café estão descritos na Tabela 2. Eles são importantes na retenção de compostos voláteis e contribuem para a viscosidade e a característica sensorial conhecida como “corpo” da bebida (DIAZ-RUBIO; SAURA-CALIXTO, 2007).

Tabela 2 – Composição química aproximada do café solúvel

Componentes	Intervalo de variação (%)
Polissacarídeos	50,0 a 65,0
Oligossacarídeos	0,7 a 5,2
Lipídeos	1. 0,2 a 1,6
Proteínas	12,6 a 21
Aminoácidos	0,0 a 6,0
Ácidos Clorogênicos	5,2 a 7,4
Cafeína	2,8 a 5,1
Minerais	8,8 a 10
Ácidos Húmicos	15

Fonte: Clarke; Macrae (1985b).

3.4 PRODUÇÃO DE CAFÉ SOLÚVEL EM PÓ

A produção de café solúvel em pó (Figura 1) começa após a seleção da matéria-prima na etapa inicial de torra, onde ocorrem reações complexas com mecanismos ainda relativamente pouco definidos, entre as quais estão às reações pirolíticas, *Maillard* e degradação de *Strecker*. Estas reações são importantes fatores de formação do sabor e aroma característico do café torrado (HWANG; HARTMAN; HO, 1995; OOSTERVELD; VORAGEN; SCHOLS, 2003; SIMÕES, et al., 2013). A quantidade e a composição dos precursores de sabor e aroma estão diretamente relacionados à intensidade de torra aplicada aos grãos de café verde, com isso causando um efeito significativo na qualidade final do café torrado, e consequentemente no café solúvel (DE MARIA et al., 1999).

No geral, após o processo de torra do café, são utilizadas colunas extratoras, podendo o processo acontecer batelada ou semicontínuo. Em seguida, o extrato hidrossolúvel pode passar pelo processo de recuperação de compostos voláteis, os quais são reintroduzidos ao extrato concentrado, ou o extrato, após a extração segue direto para concentração. O processo de secagem do extrato de café pode ser realizado por aspersão (*spray dried*) ou por liofilização (*freeze-drying*). Além do produto desejado, a indústria produz resíduos conhecidos como borra de café gerado no processo de extração. A borra pode ser prensada, depois passar por um processo de secagem e ser queimada em caldeiras de biomassa para geração de energia (vapor) (ALVES; BORDIN, 1998).

Para uma melhor visualização e entendimento do processo de produção de café solúvel sugere-se acessar o site ou página da Café Iguaçu (IGUAÇU, 2013).

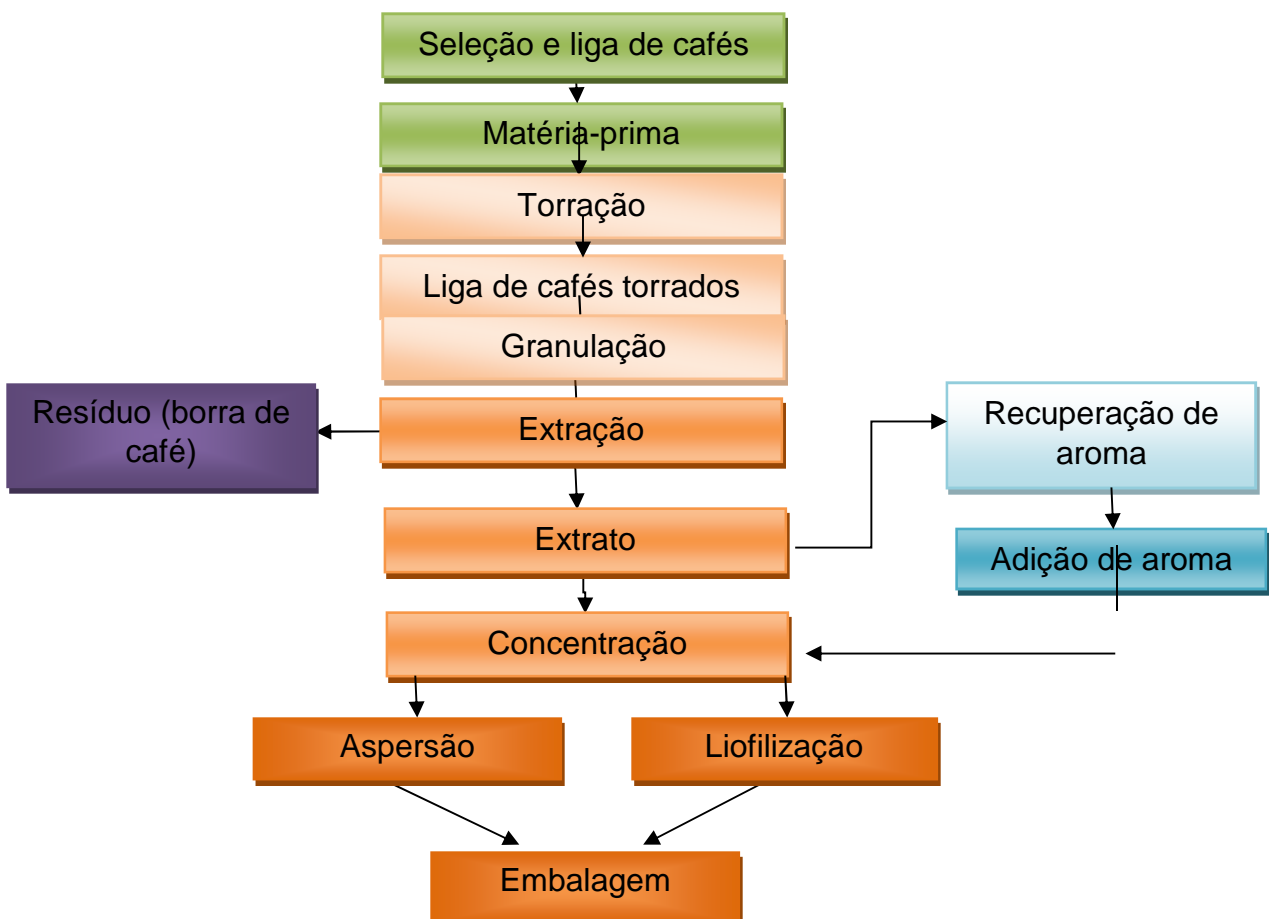


Figura 1 - Fluxograma simplificado da produção do café solúvel.

3.5 PROCESSO E PRODUTOS AGLOMERADOS DA INDÚSTRIA ALIMENTÍCIA

O termo “instantâneo” tem sido empregado para descrever os alimentos em pó que são facilmente miscíveis em água fria. Alguns exemplos dessa classe de produtos são: leite, café solúvel, sopas desidratadas, malte, enzimas, leveduras, entre outros (IVESON, et al., 2001; VISSOTO, 2006). A simples mistura dos produtos alimentícios em pó, não é garantia de que apresentará uma qualidade final desejável. Portanto, vem sendo utilizado o processo de aglomeração o qual promove mudanças nas propriedades físicas, como por exemplo, formação de caminhos internos nos grânulo, que contribuem no aumento da porosidade e para a reconstituição dos pós em meio líquido (PEÑA, 2003).

A aglomeração (granulação) é uma técnica utilizada para atender alguns requisitos de clientes, como por exemplo, diminuir a quebra do pó durante o manuseio, melhorar a aparência e características sensoriais do produto, melhorar a dispersão e as características de dissolução e a diminuir a formação de blocos compactados durante o armazenamento. As técnicas de aglomeração podem ser via úmida utilizando força mecânica, leite fluidizado, por jato de vapor, por extrusão e compactação de matérias secas (KNIGHT, 2001).

A aglomeração de maior interesse para indústria de alimentos é aquela que forma agregados (aglomerados) muito porosos e de rigidez apenas o suficiente para resistir a fricção e impactos mecânicos durante o manuseio (SCHUBERT, 1993; HOGEKAMP, 1999; IVESON et al, 2001).

A vantagem em utilizar a aglomeração por jato de vapor em alimentos instantaneizados é a possibilidade da preservação de seus componentes voláteis (SCHUBERT, 1993; COUTO, et al., 2000). Atualmente, as técnicas de jato a vapor e leite fluidizado são as mais empregadas para diferentes alimentos, tais como, achocolatados, sopas e gelatinas (YAN; BARBOSA-CÁNOVAS, 1997; MARTINS; KIECKBUSCH, 2008).

ViSSoto et al. (2006), estudaram a solubilidade, molhabilidade e a distribuição da granulometria de achocolatado em pó submetido aos processos: de simples mistura, mistura e lecitinação (0,3, 0,5, 0,8 e 1% de lecitina de soja) e aglomeração por jato de vapor. Ao comparar os produtos obtidos por simples mistura e lecitinação observou-se que a lecitina melhora a solubilidade. O processo

de aglomeração com vapor, após a lecitinação, incrementou a solubilidade. Quanto a molhabilidade observou-se que os produtos lecitinados apresentaram menores tempos em relação aos submetidos à simples mistura, e a aglomeração com vapor proporcionou uma diminuição ainda maior neste tempo. A distribuição da granulometria, também, foi afetada significativamente pelo processo de aglomeração.

Takeiti, Kieckbusch e Collares-Queiroz (2008), aglomeraram maltodextrina por via úmida utilizando jato de vapor. A maltodextrina foi utilizada com diferentes graus de dextrose com objetivo de formar grânulos com menor tempo de dissolução. Inicialmente, as variáveis independentes foram a pressão de vapor, taxa de alimentação de pó, temperatura do ar de secagem e adição de sacarose e glucose. Os resultados indicaram que a pressão de vapor 1,7 bar, taxa de alimentação de pó 2,8 g/s e temperatura do ar de secagem de 93°C ou 127°C levam ao menor tempo de dissolução.

Para Vissoto et al. (2009) e Hoge Kamp et al., 1996, o processo de aglomeração utilizando jato de vapor é complexo e envolvem muitas variáveis de processo e as características do produto. Apesar do processo de aglomeração apresentar-se como um processo de mudanças físicas, também tem se observado mudanças químicas. Assim, utilizando um equipamento piloto (Figura 2) foi demonstrado o efeito das variáveis do processo de aglomeração com vapor nas características do cacau em pó. Observou-se que aumentando a taxa de alimentação de cacau em pó no equipamento levou a uma redução no diâmetro médio das partículas, aumentado a rotação do secador houve aumento na umidade do produto, aumentado a pressão de vapor percebeu-se aumento na umidade e intensificação da cor amarela no produto (VISSOTO, 2009).

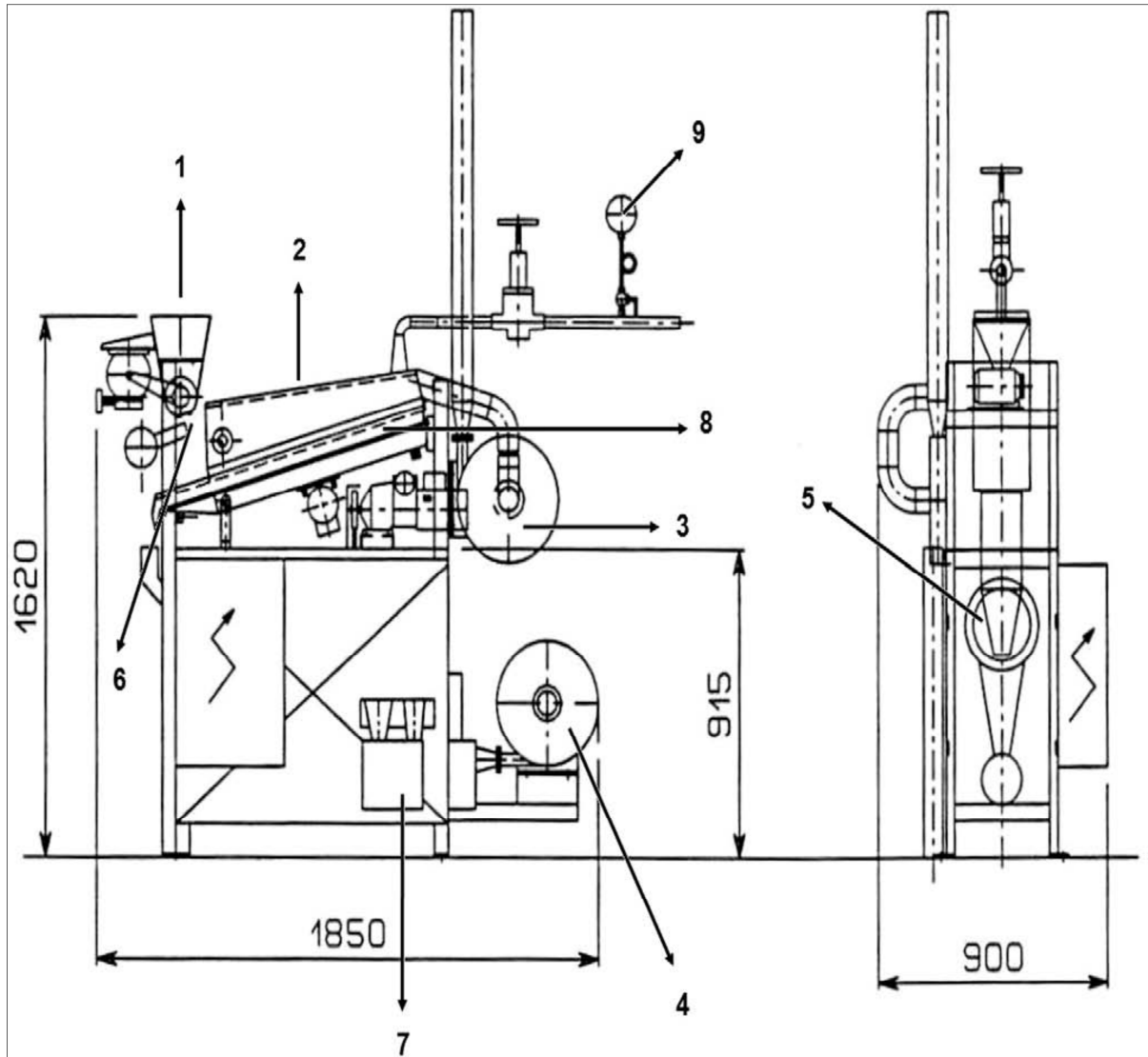


Figura 2 – Esquema piloto de um aglomerador com jato de vapor, onde (1) tremonha de alimentação (2) injeção de vapor (3) exaustor (4) ventilador (5) queimador (6) difusor de vapor (7) classificador do aglomerado (8) calha vibratória (9) manômetro.
Fonte: Vissoto (2009, p. 284).

Saad et al. (2011) estudaram o mecanismo de aglomeração durante o umedecimento por jato de vapor e mistura da sêmola de trigo duro. Este processo implica na adição de diferentes quantidades de água a um baixo cisalhamento e velocidade fixa de funcionamento do equipamento. Observou-se que o mecanismo de aglomeração umedecendo o produto provocou alterações significativas no tamanho das partículas e na textura.

Condições ótimas de operação para aglomeração por leito fluidizado pulsado foram estudadas para isolado de proteína de soja. Foram realizados 17 testes seguindo planejamento fatorial central. As variáveis independentes foram a taxa de

alimentação (0,5 – 3,5g/min), pressão do ar de atomização (0,5 – 1,5bar) e concentração do agente ligante (maltodextrina 10 – 50%). As variáveis respostas foram o diâmetro das partículas, rendimento e umidade do produto. As variáveis ótimas de processo foram identificadas quando grânulos com baixa umidade e alto rendimento foram produzidos (DACANAL; MENEGALLI, 2010).

Pathare, Bas e Byrne (2012), comparam parâmetros de qualidade (tamanho e textura) de amostras comerciais de granola com amostras produzidas utilizando granulação por cisalhamento e leite fluidizado. Observou-se que a velocidade de rotação do impulsor é o parâmetro de processo que mais influência no tamanho das partículas e textura, quando utilizado o processo de granulação por cisalhamento. Já no processo com leite fluidizados os parâmetros mais significativos foram a pressão de ar pelo bico de atomização e a taxa de pulverização dos bicos.

Utilizando o processo de aglomeração por leite fluidizado para granola foi observado que diminuindo a pressão de ar no bico atomizador houve um aumento no tamanho dos aglomerados. Combinando baixa pressão de ar e baixa taxa de pulverização do produto no bico atomizador resultou em granulados com maior dureza e crocância (PATHARE et al., 2011).

3.6 PROCESSO DE AGLOMERAÇÃO DE CAFÉ SOLÚVEL

O café é altamente susceptível a perdas dos componentes do sabor, em sistemas que usam altas temperaturas ou um contato excessivo com ar quente, assim sendo o processo de aglomeração que usa exclusivamente leite fluidizado não é a técnica mais indicada para se obter um produto de boa qualidade sensorial (HOGEKAMP et al., 1996).

Como a qualidade sensorial para o café é um dos atributos mais importantes para aceitabilidade pelos consumidores, a indústria aplica técnicas de aglomeração com intuito de preservar as características sensoriais do café solúvel. De fato, a associação de processos de aglomeração em série, como por exemplo, por jato de vapor seguido de leite fluidizado é uma alternativa praticada nas indústrias de café solúvel aglomerado. Adicionalmente, o processo de leite fluidizado após a aglomeração por jato de vapor colabora com o aumento das estabilidades dos

aglomerados (HOGEKAMP; SCHUBERT; WOLF, 1996; HOGEKAMP, 1999). Na Figura 3 pode-se verificar o fluxograma simplificado do processo de aglomeração de café solúvel.

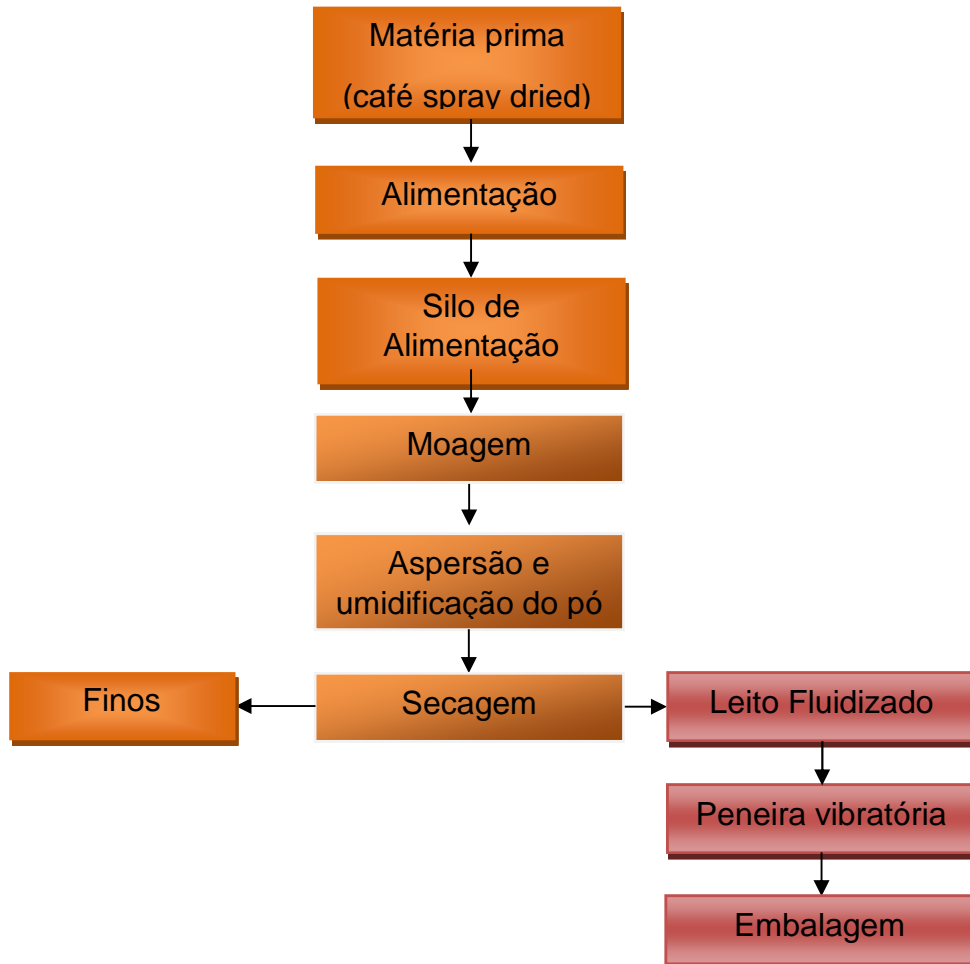


Figura 3 – Fluxograma simplificado do processo de aglomeração de café solúvel.

3.7 COMPOSTOS VOLÁTEIS PRESENTES NO CAFÉ

3.7.1 Café Torrado e Moído

O café é caracterizado principalmente pelo impacto aromático que proporciona aos consumidores. Por isso a composição de voláteis responsáveis pelo perfil aromático do café tem sido objeto de estudos de vários grupos de pesquisa,

onde já foram identificados mais de 850 compostos em diferentes concentrações (FLAMENT, 2002). São várias as classes de compostos voláteis presentes no café torrado, mas nem todos impressionam o sentido do olfato, pois a sensação ou qualidade do odor depende da estrutura molecular e da concentração em que o composto se apresenta (NASCIMENTO; MORAIS; ROCHA, 2003) (Tabela 3).

Tabela 3 – Classes químicas de compostos voláteis encontradas no café torrado.

(continua)

Classe química	Número de compostos	Referência	Classe química	Número de compostos	Referência
Hidrocarbonetos alifáticos	35	CLARKE; MACRAE (1985); GROSCH (2001)	Pirazinas	91	FLAMENT (2002) ARRUDA, et al. (2012)
Hidrocarbonetos aromáticos	32	CLARKE; MACRAE (1985)	Quinoxalinas	11	CLARKE; MACRAE (1985)
Álcoois alifáticos	16	CLARKE; MACRAE (1985)	Furanos	126	CLARKE; VIZTHUM (2001)
Álcoois aromáticos	2	CLARKE; MACRAE (1985)	Pironas	4	FLAMENT (2002)
Aldeídos alifáticos	18	MOREIRA; TRUGO; DE MARIA (2000)	Oxazois	35	MOREIRA; TRUGO; DE MARIA (2000)
Aldeídos aromáticos	11	MOREIRA; TRUGO; DE MARIA (2000)	Tióis	6	CLARKE; MACRAE (1985)
Cetonas alifáticas	62	MOREIRA; TRUGO; DE MARIA (2000)	Sulfetos	15	CLARKE; MACRAE (1985)
Cetonas aromáticas	62	MOREIRA; TRUGO; DE MARIA (2000)	Dissulfetos	10	CLARKE; MACRAE (1985)
Ácidos	6	MOREIRA; TRUGO; DE MARIA (2000)	Trissulfetos	3	CLARKE; MACRAE (1985)
Ésteres	28	CLARKE; VIZTHUM (2001)	Tioésteres	2	CLARKE; MACRAE (1985)
Lactonas	33	CLARKE; VIZTHUM (2001)	Tiofenos	31	CLARKE; MACRAE (1985)
Anidridos	9	MONROY (2005)	Ditiolanos	2	CLARKE; MACRAE (1985)

Tabela 3 – Classes químicas de compostos voláteis encontradas no café torrado
(conclusão)

Classe química	Número de compostos	Referência	Classe química	Número de compostos	Referência
Aminas alifáticas	3	MONROY (2005)	Tiázois	27	DE MARIA; MOREIRA; TRUGO (1999)
Aminas aromáticas	12	MOREIRA; TRUGO; DE MARIA (2000)	Acetais	1	MONROY (2005)
Imidas	5	MOREIRA; TRUGO; DE MARIA (2000)	Nitrilos	2	CLARKE; MACRAE (1985)
Pirrois	69	FLAMENT (2002)	Oximas	1	CLARKE; MACRAE (1985)
Piridinas	20	CLARKE; VIZTHUM (2001)	Fenois	49	CLARKE; VIZTHUM (2001)
Quilonas	4	CLARKE; MACRAE (1985)	Indóis	4	CLARKE; MACRAE (1985)
Éteres	2	MONROY (2005)	Outros	20	CLARKE; VIZTHUM (2001)
			TOTAL	818	

De acordo com De Maria et al. (1999), os compostos heterocíclicos no aroma de café torrado receberam atenção especial por parte dos pesquisadores, os quais estão presentes em maior quantidade. Interessantemente, em linhas gerais, podem conferir características ao aroma de café torrado como agradável ou desagradável, dependendo de sua concentração no meio e das interações com outros compostos (RIBEIRO et al., 2010). Alguns exemplos desses compostos são representados na Figura 4.

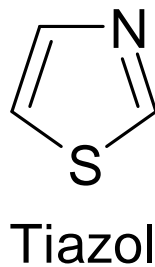
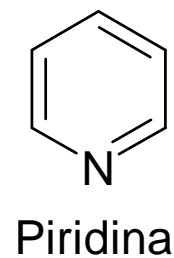
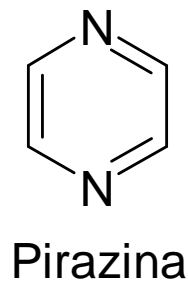
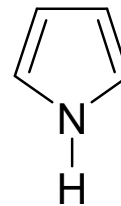
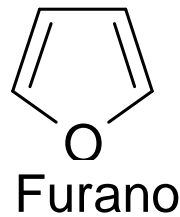


Figura 4 – Estrutura química de alguns compostos encontrados no café torrado.

Dentre os compostos heterocíclicos os furanos são encontrados em grande quantidade no aroma de café torrado, e podem apresentar outras funções orgânicas, tais como, de aldeídos, cetonas, alcoóis, ácidos carboxílicos e tióis (DE MARIA; MOREIRA; TRUGO, 1999).

Além disso, a concentração dos furanos está associada ao grau de torra e a variedade dos grãos de café, sendo que esses itens podem influenciar na qualidade sensorial negativamente o aroma de café torrado. Para demonstrar este fato, foi realizada microextração em fase sólida seguida de cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massa, onde foram encontrados furanos nas concentrações de 911 a 5852 µg/kg para cafés de torra clara, média e escura. Sendo que as maiores concentrações de furanos foram observadas em café robusta com cor de torra escura (ARRISSETO, et al., 2011).

Ainda para os furanos, não só a quantidade é importante para a resposta sensorial do café torrado mas também a estrutura desses furanos. Um bom exemplo é o 2-tio-hidroximetil-furano, que em concentrações de 0,01-0,5µg/L na água forneceu um aroma de café fresco, enquanto que 1-10µg/L produziu um aroma de café torrado velho. O 5-metil-2-tio-hidroximetilfurano que em concentrações acima de 5000ng/L liberou aroma de enxofre (DE MARIA; MOREIRA; TRUGO, 1999).

Outro exemplo é o 2-hidroximetilfurano que confere amargor a bebida de café (DE MARIA; MOREIRA; TRUGO, 1999; KREPPENHOFER; FRANK; HOFMANN, 2011).

Além dos furanos, outro composto heterocíclico que contribui para o aroma de café torrado são as pirazinas. Entretanto, cerca de 81 pirazinas foram detectadas no aroma de café e esta classe de compostos é conhecida por produzir aroma de queimado aos produtos processados termicamente (SHIMODA et al., 1990).

Assim, durante o processo de torra, onde ocorre aplicação de altas taxas de calor (180 a 240°C) as concentrações das pirazinas são dependentes do tempo, temperatura e o tipo do tratamento térmico ao qual o café foi submetido (DART; NURSTEN, 1985).

Ainda no processo de torra do café, foi observado que as metil-pirazinas iniciam sua formação no café robusta quando a temperatura atinge 185°C, sendo que no café árabica isso ocorre a 205°C (HASHIM; CHAVERON, 1996).

Portanto, as pirazinas dependendo do agrupamento de seus radicais podem conferir ao aroma do café torrado odores indesejáveis. Como por exemplo, a 2-etil-5-metilpirazina e 2-metoxi-3-(2-metilpropil) pirazina, que conferiram ao aroma de café torrado o odor de grama e de vegetais cozidos, respectivamente (CHIN; EYRES; MARRIOTT, 2011).

Além disso, outros grupos de compostos (Tabela 3) formam o aroma do café tornando o mesmo uma complexa mistura de diferentes intensidades, qualidades e concentrações desse aroma. Dessa maneira, a contribuição de cada composto volátil para o aroma final do café é variada, podendo ainda ocorrer interferências quando os compostos reagem entre si (MORREIRA; TRUGO; DE MARIA, 1999; PETISTA et al., 2012).

3.7.2 Café Solúvel em Pó

Nem todos os compostos voláteis têm alto impacto no sentido do olfato, pois a sensação ou a qualidade do odor depende dos grupamentos químicos presentes na molécula e da concentração do composto, podendo fornecer diversas respostas sensoriais. Essa última pode ser classificada como resposta positiva (qualidade positiva ou desejável) e negativa (qualidade negativa ou indesejável) (MOURA et al, 2007).

O primeiro trabalho que correlaciona os compostos voláteis do café solúvel com o aroma que cada um proporciona foi desenvolvido dentro da Café Iguazu (VIEGAS; BASSOLI, 2007). Neste trabalho técnicas analíticas e sensoriais foram integradas para traçar o perfil odorífico do café solúvel. O trabalho identificou os principais componentes do aroma do café solúvel e seu impacto sensorial. Os compostos voláteis provenientes do café solúvel foram extraídos por microextração em fase sólida com amostragem no *headspace*, identificados através da CG-EM, e então através da técnica de CG-FID/O foi realizada a descrição sensorial qualitativa dos compostos voláteis empregando o método do Perfil Livre, os resultados foram comparados com os obtidos utilizando um nariz eletrônico. Em seguida, os compostos voláteis foram separados em doze grupos sensoriais ou olfatométricos para definição do espaço sensorial para café solúvel (Tabela 4).

Tabela 4 – Grupos olfatométricos propostos por Bassoli (2006).

(continua)

Grupo olfatométrico	Qualidade para bebida	Descritores sensoriais utilizados	Componentes	Número componentes
Doce, caramelo	Positiva	Caramelo, doce, bolacha, mel, agradável, manteiga, amanteigado	2,3-butanodiona, 2,3-pentanodiona, 3-hidróxi-2-butanona, furfuriltiol, 3-metil-2-buten-1-ol, 2,5-dimetil-3-etil-pirazina, álcool benzílico, maltol, furaneol, 2-pirrolidona	10
Floral	Positiva	Floral e jasmim	Acetato de metila, 3-hexen-2-ona, benzaldeído, acetato de 2-furanometanoila	4

Tabela 4 – Grupos olfatométricos propostos por Bassoli (2006)

(conclusão)

Grupo olfatométrico	Qualidade para bebida	Descritores sensoriais utilizados	Componentes	Número componentes
Frutal	Positiva	Frutal, frutas, cristalizados, mamão, maracujá, banana, caroço de pêssego, pêssego, casca de figo verde, figo, citrico	Acetato de etila, 3-metil-butanal, 2,4-dimetil-3-pentanona, limoeno, 1-hidróxi-2-propanona, 2,5-dimetil-pirazina, etil-pirazina, 2,3-dimetil-pirazina, 2-etil-3-metil-pirazina, 2-etil-3-metil-pirazina, propanoato de 2-furanometanoila	10
Nozes	Positiva	Amêndoas, avelã, nozes, castanha	1-metil-piperidina, 2,5-dimetil-pirazina, 2,3-dimetil-pirazina, 2,5-dimetil-3-etil-pirazina, 5H-5-metil-6,7-diidrociclopentapirazina, butiroactona	6
Queimado, torrado, cereal	Positiva	Assado, carne assada, amendoim cru e torrado, borracha, borracha queimada, pipoca queimada, farelo de milho, salgadinho de milho, milho, milho cozido, milho queimado, pão amanhecido, pipoca, madeira queimada, café torrado, café torrado e moído, torrado, torrado, queimado, óleo de soja, torresmo, sebo, batata frita, tomate desidratado	Propanal, 2,3-diidro-4-metil-furano, etil-benzeno, 2,3-dimetil-isoxazol, piridina, 1-etil-3-metil-benzeno, metil-pirazina, 4-metil-tiazol, 2,5-dimetil-pirazina, 2,6-dimetil-pirazina, 2,3-dimetil-pirazina, 4,5-dimetil-tiazol, 3-etil-5-metil-pirazina, 2-etil-3-metil-pirazina, 2,6-dietil-pirazina, 2-furfuriltiol, 2,5-dimetil-3-etil-pirazina, 1-(furanil)-etanona, benzaldeído, 5-metil-2furanocarboxialdeído, 1-(2-piridini)-etanona, acetil-pirazina, 2-furilmetanol, 3,4-dimetil-2,5-furanodiona, guaiacol, álcool fenil-etenílico, 4-etil-guaiacol, ácido nonanóico, 4-vinil-guaiacol	31

3.7.3 Extração e Isolamento dos Compostos Voláteis do Café

A qualidade de um método analítico é validada pelo número de etapas dos ensaios, juntamente com a quantidade de erros experimentais. Além disso, outro ponto importante para validação é a maneira como a amostragem é realizada, para isso é necessário fazer as coletas de maneira que as frações possam representar a amostra primária. Normalmente, nessas frações são encontrados analitos que podem ser quantificados ou identificados através de métodos selecionados para cada tipo de ensaio. Como por exemplo, recomenda-se evitar avaliar essas frações brutas diretamente, quando se fizer uso das técnicas de cromatografia, pois podem gerar interferências e como consequência distorções nas respostas (BARROS, 2002; RIBANI et al., 2004; RIBEIRO et al., 2008; PASCHOAL, et al., 2008).

Assim, para minimizar esses problemas, são empregados procedimentos de preparo de amostras, com os quais procura-se isolar e concentrar os analitos em níveis adequados, além de obter-se a limpeza da amostra para não comprometer a sua análise química (WILKES, et al., 2000).

Dessa maneira para atingir o objetivo em uma análise de alimento, conhecer os aspectos ligados à sua composição, presença de aditivos, de contaminantes e de produtos de transformação durante o processamento são importantes na definição das melhores técnicas de análise (FRANCO, 2003; PASCHOAL, et al., 2008).

Para a identificação e quantificação de compostos voláteis em alimentos a extração e o isolamento das substâncias contidas no alimento (matriz), são itens importantes que devem ser considerados para o sucesso na análise, já que nenhuma matriz pode ser injetada diretamente no cromatógrafo gasoso. Vários trabalhos, descrevem técnicas aplicadas para a extração desses compostos voláteis em alimentos (AKIYAMA, et al., 2003; GAZIN, et al., 2008; GIANELLI, et al., 2012).

Um dos principais métodos utilizados para extração e isolamento de compostos voláteis para café é MEFS. Isso acontece pelo fato desse método não utilizar solvente, o analito fica altamente concentrado e apresenta facilidade para transportar os compostos voláteis para o cromatógrafo (NOBREGA, 2003).

A técnica MEFS tem como dispositivo principal um bastão de fibra ótica, de sílica fundida de 100 mm de diâmetro, com 10 mm de uma extremidade recoberto com uma fina camada de um polímero (exemplo: dimetilsiloxano = PDMS,

poliacrilato = PA ou Carbowax = Cwx) ou de um sólido adsorvente (exemplo: carvão ativo microparticulado = Carbonex) (VALENTE; AUGUSTO, 2000). Adicionalmente, a escolha da fibra para a MEFS é fundamental para captura da maior variedade de compostos voláteis presentes na matriz em estudo.

A técnica da análise dinâmica do *headspace* (HS) juntamente com a MEFS (HS-MEFS) foi realizada para extração dos compostos voláteis do café torrado em diferentes estágios de maturação (verde, cereja e boía) e de processamento (café natural, despulpado e desmucilado) quanto a sua composição de voláteis. Para definir a melhor extração foram testados três tipos de fibras (PDMS 100µm, PDMS/CAR 85 µm e DVD/CAR/PDMS 50/30 µm), onde verificou-se que a quantidade de voláteis detectada após a extração com a fibra DVD/CAR/PDMS foi cerca de uma ordem de grandeza maior que a de PDMS/CAR e quase duas ordens acima em relação da fibra PDMS. Outro ponto, foi que a fibra adsorveu o maior número de compostos de diferentes funções químicas, como por exemplo furanos, pirazinas, fenóis, pirróis que são efetivamente as funções majoritárias do café arábica torrado. As piridinas, cetonas terpenóides e os hidrocarbonetos também foram bem representados com a fibra DVD/CAR/PDMS. Dessa maneira, essa última fibra foi escolhida para realização da extração dos voláteis no café arábica torrado (ARRUDA et al., 2011).

Em trabalhos anteriores realizados na Café Iguaçu foi comprovada que a técnica de preparação de amostras por HS-MEFS utilizando a fibra DVD/CAR/PDMS para café solúvel produziram as melhores repostas em relação aos compostos voláteis. No trabalho de Viegas e Bassoli (2007), foi realizada a identificação do índice de retenção linear (IRL) de alguns compostos voláteis por CG-EM com coluna *HP-INNOWAX*, onde o preparo das amostras foi através da técnica HS-MEFS utilizando a fibra DVD/CAR/PDMS.

Akiyama et al. (2003), utilizou as técnicas de extração de voláteis HS-MEFS estática e dinâmica para extração de voláteis liberados durante a moagem do café torrado. O CG-EM e cromatografia gasosa acoplada a olfatometria (CG-O) foram utilizados para descrever os resultados analíticos.

Caprioli et al., (2012) estudaram a influência da pressão e temperatura de dois tipos de máquina de expresso (A e B) no perfil do aroma e qualidade do café expresso. Para isso, os compostos voláteis foram isolados por HS-MEFS, analisados por CG-ME e submetidos a avaliação sensorial por uma equipe treinada de 8

juízes (provedores). Após as análises e avaliação dos resultados, verificou-se que a temperatura ideal para extração do café expresso na máquina A é de 92°C e 9bar.

3.7.4 Análise e Identificação dos Compostos Voláteis do Café.

Atualmente, a cromatografia gasosa (CG) acoplada ao espectrometria de massa (CG-EM) é de longe a mais importante técnica analítica na indústria de aromas (CHIARADIA; COLLINS; JARDIM, 2008).

Após o isolamento e a extração dos compostos voláteis a aplicação da CG-EM resulta na separação dos compostos através do princípio da diferença de migração das substâncias entre uma fase estacionária, sólida ou líquida, e uma fase móvel gasosa (GARRUTI, 2001).

A análise por CG inicia-se pela injeção da amostra no injetor que deve estar corretamente aquecido para proporcionar a volatilização da mesma. Em seguida, o gás de arraste transporta a amostra volatilizada através de uma coluna capilar localizada no interior de um forno com temperatura ajustável. Na coluna capilar ocorre o processo de separação dos compostos voláteis (LANÇAS, 1993; JANZANTTI; FRANCO; WOSIACKI, 2003; FRANCO; JANZANTTI, 2004).

Dessa maneira, quando o eluente (íon) passa pela coluna e chega ao detector, ocorre o processo de ionização e fragmentação, em seguida um sinal é gerado e transformado em um pico, onde a quantidade total de picos provenientes da eluição dos compostos voláteis irá constituir o cromatograma da amostra (JANZANTTI; FRANCO; WOSIACKI, 2003; RIBANI et. al., 2004).

A escolha das técnicas de varredura para obtenção do espectro de massa pode ser no modo operacional de varredura *SCAN*, o qual coleta espectros para todos os compostos eluídos da coluna, e o sistema operacional em modo *SIM*, que possibilita o aumento da sensibilidade e especificidade da análise quando o composto a ser determinado já é conhecido (REID, 2003; CHIARADIA; COLLINS; JARDIM, 2008). Neste caso, os compostos voláteis são identificados pela análise dos espectros de massa que neste caso são representados pelos íons referentes a cada substância (RIBANI, et al., 2004).

Para café torrado e solúvel existem alguns trabalhos que analisam e identificam compostos voláteis através de técnicas de extração, como por exemplo HS-MEFS seguidas de CG-EM (SCHENKER, et al., 2002; KIM; NAM, 2004; VIEGAS; BASSOLI, 2007; AGRETI et al., 2008; FRANCA, et al., 2009; MOON; SHIBAMOTO, 2009; CAPRIOLI, et al. 2012).

3.8 ANÁLISE SENSORIAL

A análise sensorial é definida pela Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT, 1993) como uma técnica científica com função de trazer a lembrança ou evocar, analisar e decifrar reações características dos alimentos e como estas são entendidas pelos sentidos da visão, olfato, paladar, tato e audição (CARVALHO, et al., 2005).

Entretanto, a análise sensorial é considerada uma técnica de avaliação que varia de acordo com o julgamento de cada indivíduo, por meio dos órgãos do sentido, sendo influenciada pela experiência e capacidade do julgador (RESENDE et al., 2011).

Além disso, fatores externos, como o local da análise, estado emocional e de saúde do julgador, condições e formas de apresentação da amostra-teste, dentre outros contribuem para o julgamento sensorial. Contudo, a utilização apropriada da tecnologia sensorial disponível contribui para à obtenção de resultados reprodutíveis, com precisão e exatidão comparáveis às dos métodos conhecidos como objetivos (MEILGAARD; CIVILLE; CARR, 1998; CHAVES; SPROESSER, 2006).

Assim, para que as respostas da análise sensorial sejam garantidas, alguns pontos devem ser observados, como por exemplo, a verificação do objetivo da análise, o tipo e o número de amostras avaliadas, a quantidade de julgadores que serão envolvidos e o nível de treinamento, além de observar as restrições praticam, como por exemplo, o tempo para planejar, qual método utilizar, executar e interpretar os resultados (PIGGOTT, 1995; DUTCOSKY, 2011).

A Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT, 1993) classificou os métodos sensoriais, em três categorias: subjetivos, discriminativos e descritivos

(DUTCOSKY, 2011). As respostas das questões da Tabela 5 permitem classificar os métodos fundamentais para abordagem de cada categoria e facilitar na escolha da metodologia.

Tabela 5 – Questões fundamentais para a escolha da metodologia sensorial

Categoria	Questões
Subjetivo	O produto é aceito pelos consumidores? Qual é o produto preferido?
Discriminativo	Existe diferença perceptível entre os produtos?
Descritivo	Quais os principais pontos de diferença entre os produtos?

Fonte: Adaptado de LAWLESS; HEYMANN, 1998.

Os testes sensoriais subjetivos, também denominados como afetivos, medem o quanto uma população ou grupo gostou de um produto. Esse grupo normalmente pode ser formado por indivíduos não treinados, e necessitam, no geral, de um grande número de julgadores. Os testes como comparação pareada, ordenação de preferência e de escala hedônica são os mais utilizados para expressar a opinião do consumidor em relação a preferência ou aceitabilidade do produto analisado (DE PENNA, 1999; STONE; SIDEL, 2004; DUTCOSKY, 2011).

Os métodos discriminativos estabelecem diferenciação qualitativa e/ou quantitativa entre as amostras, medindo atributos, específicos pela simples discriminação, indicando por comparações, se existem ou não diferenças entre as amostras. Os testes mais aplicados são o triangular, duo-trio, ordenação, comparação pareada e comparação múltipla ou diferença do controle (MEILGAARD; CIVILLE; CARR, 1999; STONE; SIDEL, 2004; DUTCOSKY, 2011).

O outro método, conhecido como análise descritiva demonstra qualitativamente e quantitativamente as amostras com objetivo de caracterizar as propriedades dos atributos sensoriais. Para tanto, os julgadores devem receber treinamento diferenciado para cada método utilizado. A Análise Descritiva Quantitativa (ADQ) é a técnica de descrição sensorial mais utilizada na área de alimentos, pois permite o levantamento, a descrição e a quantificação dos atributos

sensoriais detectáveis no produto, utilizando julgadores com alto grau de treinamento e análise estatística dos dados (STONE; SIDEL, 2004; DUTCOSKY, 2011).

3.9 ANÁLISE MULTIVARIADA

Atualmente, uma parte da estatística conhecida como Análise Multivariada contém métodos utilizados para avaliar dados de ensaios, sendo que o mais utilizado é a Análise de Componentes Principais (ACP) (FRANCA, et al., 2009; RIBEIRO, et al. 2010).

A informação contida na ACP é exatamente equivalente ao dados contidos no conjunto completo de todas as variáveis originais, mas na ACP podemos usar bem menos dados para obter uma resposta satisfatória. As componentes principais de um conjunto de dados (x_1, x_2, \dots, x_p) são combinações lineares dessas variáveis como por exemplo representado nas equações 1 e 2 (MONTGOMERY, 2009).

$$Z_1 = c_{11}x_1 + c_{12}x_2 + \dots + c_{1p}x_p \text{ (equação 1)}$$

$$Z_p = c_{p1}x_1 + c_{p2}x_2 + \dots + c_{pp}x_p \text{ (equação 2)}$$

Onde os c_{ij} são constantes a serem determinadas e z_1, z_2, \dots, z_p são os novos eixos do sistema de coordenadas obtido pela rotação do sistema (x_p), sendo que os novos eixos representam as direções de variabilidade máxima (MONTGOMERY, 2009).

Este método permite a redução da dimensionalidade dos pontos representativos das amostras, pois é comum obter em apenas duas ou três das primeiras componentes principais mais que 90% desta informação. O gráfico da primeira componente principal *versus* a segunda componente principal fornece uma janela privilegiada (estatisticamente) para observação dos pontos no espaço n-dimensional (NETO; MOITA, 1997; MONTGOMERY, 2009).

A análise de componentes principais também pode ser usada para julgar a importância das próprias variáveis originais escolhidas, ou seja, as variáveis originais com maior peso na combinação linear dos primeiros componentes

principais são as mais importantes do ponto de vista estatístico (NETO; MOITA, 1997; MONTGOMERY, 2009).

A ACP foi utilizada para café juntamente com as superfícies de resposta para indicar quais as condições de extração ideais para compostos voláteis (RIBEIRO, et al. 2010). Outra aplicação da ACP para café demonstrou o perfil dos compostos voláteis desde a separação do café verde, café torrado e também a separação por grau de torra do café (cor) e temperatura utilizada no processo de torrefação (FRANCA, et al., 2009).

Além dessas aplicações para café, foram observados que a ACP indicou que perfil de voláteis pode indicar a diferenciação de cafés saudáveis e defeituosos (AGRESTI et al., 2008).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAL DE ESTUDO

Todas as amostras de café solúvel aglomerado foram fornecidas pela indústria Café Iguaçu, localizada na cidade de Cornélio Procópio, PR, Brasil. O café utilizado para produção das amostras foi do tipo *spray dried* (café solúvel em pó) com densidade de 260 a 270 g/L, cor do pó escura ou entre 20 a 25 IR (padrão interno da Café Iguaçu) e umidade máxima do pó *spray* de 3,5%.

4.1.1 Processo de Produção das Amostras

O equipamento utilizado neste estudo foi um aglomerador escala industrial com jato de vapor e seguido de leito fluidizado (Figura 5). O café solúvel em pó (800 a 1000kg) foi alimentado nas moegas (1) e transportado até o silo de alimentação (2) com auxílio de um exaustor conectado a um filtro manga. Por gravidade o pó foi transferido do silo de alimentação para uma rosca sem fim que transportou o produto até o moinho de pinos (3). Do moinho, o pó foi enviado a uma válvula rotativa que alimenta a calha vibratória (4) e encaminha o café aos quatro bicos de aglomeração (5) no topo da câmara do sistema. Foi injetado vapor saturado e o pó foi umidificado nos bicos ocorrendo a aglomeração do café solúvel.

Na câmara de secagem (6), o aglomerado recebeu uma corrente de ar aquecida, em seguida o aglomerado é enviado ao leito fluidizado (7), passando por duas seções quentes e três seções frias (30°C, 17°C e 8°C) nas quais a temperatura decresce gradualmente. Após esta etapa, o café foi selecionado em um conjunto de peneiras vibratórias (8), sendo a primeira de malha grossa (abertura 4,5mm) e a segunda de malha fina (abertura 1,00mm). O café solúvel aglomerado desejado foi direcionado para embalagem de onde foram coletadas as amostras, após a estabilização do equipamento nas condições de cada ensaio. As condições de processo nas quais o aglomerador operou foram as seguintes: pressão de vapor 1,0;

1,2 e 1,4 x 10² Pa, temperatura do queimador 170; 215 e 260°C, fluxo de ar de processo 230; 250 e 280 rpm e temperatura da seção quente do leito 110; 120 e 130°C.

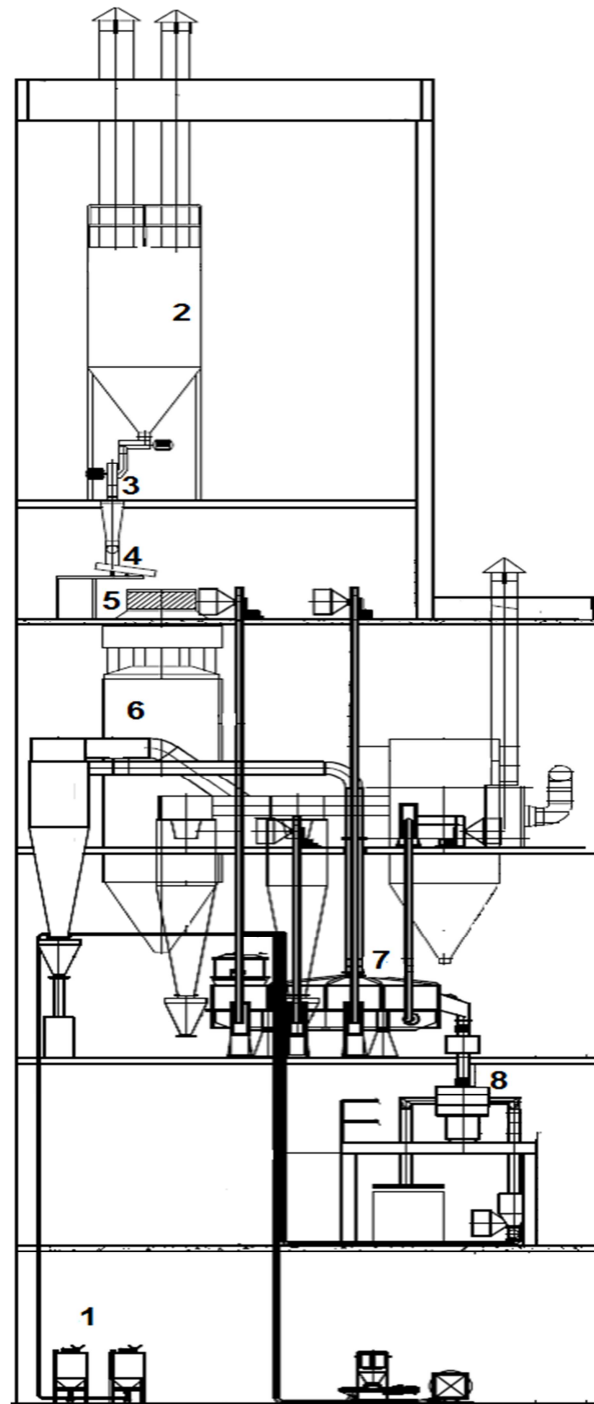


Figura 5 – Desenho esquemático do aglomerador industrial para o qual: (1) moegas, (2) silo de alimentação, (3) moinho de pinos, (4) calha vibratória, (5) bicos do aglomerador, (6) câmara de secagem, (7) leito fluidizado e (8) peneira vibratória.

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Avaliação Sensorial

O projeto foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa envolvendo seres humanos da UTFPR, parecer nº 12597513.0.0000.5547 (Anexo 1). A avaliação sensorial realizada neste trabalho foi desenvolvida com base nos procedimentos descritos por Stone et al. (1974) e Stone; Sidel (1993).

4.2.1.1 Convite aos provadores

O convite (Quadro 1) foi entregue para 8 provadores experientes que exercem essa função na Café Iguaçu, na faixa etária de 30 a 55 anos, sexo masculino os quais foram codificados.

CONVITE AOS JULGADORES

Estamos desenvolvendo um trabalho de mestrado para estudar o aparecimento de aroma e sabor indesejáveis de cereal no café aglomerado.

O aroma e sabor indesejáveis de cereal lembram o gosto de grão verde de café que torna o café solúvel aglomerado com qualidade sensorial indesejada ao consumo.

O problema abordado neste trabalho não oferece risco a saúde dos senhores por se tratar de um defeito de qualidade sensorial, além disso, as amostras foram analisadas para controle microbiológico.

Os senhores foram indicados e convidados pela Café Iguaçu para comporem a equipe que fará a prova das amostras que serão coletadas, variando condições de processo. A indicação e o convite aos senhores ocorreu devido à atribuição de função “provadores ou julgadores” da Café Iguaçu.

Antes da prova citada acima, os senhores passarão por um treinamento para testar a capacidade de discriminar as amostras, repetibilidade e concordância com a equipe.

Quadro 1– Convite aos provadores para participar do trabalho avaliação de intensidade dos atributos aroma e sabor de cereal.

4.2.1.2 Treinamento e Seleção dos Provadores

A primeira etapa do treinamento consistiu na prova de produto produzido propositalmente com aroma e sabor extremos de cereal (fraco e forte). Os provadores foram treinados nesta etapa com objetivo de homogeneizar a percepção da intensidade do aroma e sabor de cereal que representava as intensidades fracas e fortes. O procedimento de prova das amostras, que se dá pela permanência da bebida na boca, sem ingestão, foi repetido cinco vezes. Na Tabela 6 foram descritos as quantidades para o preparo das amostras nas xícaras de prova que foram utilizadas no treinamento.

Tabela 6 – Tabela de quantidade de amostra e água quente (70°C) por xícara utilizada na primeira etapa de treinamento.

Amostra em cada xícara de prova	Produto com aroma e sabor forte de cereal (g)	Produto neutro de aroma e sabor de cereal (g)	Volume de água 70°C (mL)
Forte de cereal	2,20	0	140
Fraco de cereal	0,11	2,09	140

A segunda etapa do treinamento tem como objetivo a utilização da escala não estruturada de 9 cm ancorada a 0,5 cm nas extremidades com os termos que indicam aumento da intensidade da esquerda para direita (ESC) (Quadro 2).

Ficha de Avaliação – Atributo Aroma e Sabor de Cereal	
Data: ____/____/____.	
Nome: _____	
Por gentileza, provar as amostras de café, da esquerda para a direita, indicando nas escalas abaixo a intensidade do sabor de cereal.	
Amostra: _____	
_____	_____
Fraco	Forte
Amostra: _____	
_____	_____
Fraco	Forte
Amostra: _____	
_____	_____
Fraco	Forte
Comentários: _____	

Quadro 2 – Ficha de avaliação para treinamento dos provadores.

Além disso, nessa etapa também foi testada a intensidade do sabor e aroma de cereal pelos provadores, onde as amostras eram compostas por produto com e sem aroma e sabor de cereal. As amostras e provadores foram aleatorizados por sorteio e codificados, de maneira que cada amostra fosse avaliada pelo mesmo provador três vezes. Assim, as amostras de uma sequência foram dispostas simultaneamente na mesa de prova, sendo que cada sequência continha as amostras A (forte de cereal), B (médio de cereal) e C (fraco de cereal). Após a prova de cada sequência, os provadores marcavam na ESC classificando cada amostra. Entre a prova de cada amostra, os provadores realizavam um enxágue bucal com água, de maneira a não ocorrer interferência entre elas. Na Tabela 7 estão descritas as quantidades para compor cada amostra utilizada na segunda etapa do treinamento.

Tabela 7 - Tabela de quantidade de amostra e água no início de fervura (70°C) por xícara utilizada na segunda etapa de treinamento

Amostra	Produto com aroma e sabor de cereal (g)	Produto sem aroma e sabor de cereal (g)	Volume de água 70°C (mL)
A (forte de cereal)	1,54	0,66	140
B (médio de cereal)	0,88	1,32	140
C (fraco de cereal)	0,44	1,76	140

Após a obtenção dos resultados na segunda etapa do treinamento, os provadores foram selecionados de acordo com suas capacidades em discriminarem as amostras, repetibilidade e concordância com a equipe. Para avaliar a discriminação e a repetibilidade de cada provador, foi realizada uma análise de variância de dois parâmetros (amostras e repetições), e para avaliar a concordância de cada provador com a equipe foram comparadas as ordens das médias dos provadores. Os provadores selecionados foram aqueles que apresentaram valores de $F_{amostras}$, com nível de significância de 30% ($p < 0,30$) para o critério de discriminação. Com relação ao critério repetibilidade, foram selecionados os provadores que apresentaram valores de $F_{amostras}$, com nível de significância de 5% ($p > 0,05$). Para análise dos dados foi utilizado o software *Statistica10* (STATSOFT, 2010).

4.2.2 Avaliação sensorial das amostras

A avaliação sensorial das amostras foi realizada no Laboratório de Análise Sensorial da Café Iguaçu, em uma mesa de prova redonda, onde o provador individualmente realizava a prova das amostras. As 11 amostras foram dispostas, uma a uma na mesa de prova, em recipientes de vidro com 2,2g da amostra dissolvidas em 140ml de água início de fervura (70°C). O procedimento de prova das amostras foi conduzido com a permanência da bebida na boca, sem ingestão, logo após o provador marcava na ESC (Anexo 1).

4.2.3 Micro-extração em HS-SPME para Análise por Cromatografia Gasosa Acoplada a Espectrômetro de Massa.

Com base nos procedimentos descritos por Akiyama et al. (2003), os frascos (*vials* de 20mL) contendo 1g de café solúvel aglomerado foram selados com septos de silicone e mantidos com temperatura constante igual a 70°C. Logo após, foi utilizado uma fibra polar (modelo 57348-U), composição química DVB/CAR/PDMS, espessura do filme 30/50µm e faixa de temperatura de dessorção entre 230 a 270°C para fazer a extração dos compostos voláteis. Com a fibra retraída na agulha, o septo foi perfurado e a fibra exposta ao *headspace* da amostra. Após 30 minutos de extração, com a agulha retraída a fibra foi retirada e inserida diretamente no injetor do cromatógrafo.

Os compostos voláteis foram analisados por cromatografia gasosa acoplada a um detector de massas (CG-EM) num sistema Agilent 6890N (modo scan e varredura 35 a 400 u.m.a). Este sistema é controlado pelo programa de computador Chemstation G1701EA. Uma coluna capilar polar HP-Innowax (60 m x 320 µm x 0,25 µm) (Agilent Technologies, EUA) foi utilizada para a análise de voláteis no cromatógrafo. O injetor operou em modo *splitless* com temperatura constante de 250°C. O forno foi programado para um gradiente de temperatura inicial de 40°C (5 min), 40 a 60°C 4°C/min (5 min), 60 a 250°C 8°C/min (3 min). O gás de arraste hélio (5,0 analítico) manteve o fluxo constante igual a 1,2 mL/min. O detector de massas operou nas seguintes condições: energia de ionização: 70 eV, temperatura da interface: 280°C, temperatura do quadrupolo: 150°C, temperatura da fonte de íons: 230°C.

4.2.3.1 Identificação dos compostos voláteis

A identificação dos compostos voláteis foi baseada na comparação dos espectros de massas experimentais com aqueles da biblioteca de espectros (NIST/2002), além do uso de padrões analíticos puros para comparação dos seus espectros de massas com os espectros dos compostos voláteis do café aglomerado.

Os padrões analíticos puros utilizados foram metanotiol, acetaldeído, 3-metilbutanal, 2,3-butanodiona, 2,4-dimetil-3-pentanona, 2,3-pentanodiona, dissulfeto de dimetila, piridina, pirazina, 4-metiltiazol, 3-hidroxi-2-butanona, 2,5-dimetilpirazina, 2,6-dimetilpirazina, 2,3-dimetilpirazina, 4,5-dimetiltiazol, 2-etil-3-metilpirazina, 2,3,5-trimetilpirazina, ácido acético, 2-metoxi-3-etilpirazina, furfural, 3-(metiltio) propionaldeído, 2,3-dietil-5-metilpirazina, 2-furfuriltiol, 2,3,5,6-tetrametilpirazina, 2-isobutil-3-metilpirazina, benzaldeído, acetato de furfurila, ácido propanoico, 2-isobutil-3-metoxipirazina, 3,7-dimetil-1,6-octadien-3-ol, 5-metilfurfural, 2-acetilpiridina, ácido isovalérico, 2-acetil-3,5-dimetilpirazina, 2-metoxifenol, álcool benzílico, 2-feniletanol, 3-hidroxi-2-metil-4-pirona, 4-etil-2-etoxifenol, furaneol, 2-metoxi-4-vinilfenol, cis-isoeugenol, 5-(hidroximetil) furfural e vanilina, eram das marcas Fluka, Aldrich, Sigma e Chem Service.

4.2.3.2 Quantificação dos compostos voláteis

Na quantificação por GC-MS foram utilizados os mesmos padrões externos da etapa de identificação dos compostos voláteis. Os 44 compostos de grau cromatográfico, foram injetados em triplicata no cromatógrafo obtendo-se as curvas de calibração para cada compostos. Depois, com as curvas de calibração de cada composto foram determinadas as equações das retas para posterior quantificação dos 44 compostos voláteis.

4.3 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

Com base em resultados prévios que mostraram a presença de sabor e aroma de cereal em café aglomerado um planejamento experimental fracionado de Resolução IV (2^{4-1} com total de 11 corridas com 3 repetições no ponto central) foi aplicado para otimização das variáveis de processo com garantia de eficiência dos resultados e economia de tempo e matéria-prima. As variáveis de processo estudadas foram a temperatura do queimador (1), pressão de vapor (2), fluxo de ar

de processo (3) e temperatura da seção quente do leito fluidizado (4) (Tabela 8). A Tabela 9 apresenta o detalhamento das condições de processo relacionadas com cada nível codificado para cada ensaio. (MONTGOMERY, 2009).

Tabela 8 – Valores e níveis aplicados no planejamento experimental.

Variáveis	Níveis		
	-1	0	1
1- temperatura do queimador (°C)	170	215	260
2- pressão de vapor (x100KPa)	1	1,2	1,4
3- fluxo de ar de processo (rpm)	230	250	280
4- temperatura da seção do leito (°C)	110	120	130

Tabela 9 – Níveis reais e codificados referentes planejamento experimental fracionado de resolução IV.

Ensaio ^a	Variáveis codificadas (reais)							
	Temperatura do queimador °C		Pressão de vapor x 100Pascal		Fluxo de ar de processo rpm		Temperatura da seção do leito °C	
1	-1	(170)	-1	(1)	-1	(230)	-1	(110)
2	1	(260)	-1	(1)	-1	(230)	1	(130)
3	-1	(170)	1	(1,4)	-1	(230)	1	(130)
4	1	(260)	1	(1,4)	-1	(230)	-1	(110)
5	-1	(170)	-1	(1)	1	(280)	1	(130)
6	1	(260)	-1	(1)	1	(280)	-1	(110)
7	-1	(170)	1	(1,4)	1	(280)	-1	(110)
8	-1	(260)	1	(1,4)	1	(280)	1	(130)
9	0	(215)	0	(1,2)	0	(250)	0	(120)
10	0	(215)	0	(1,2)	0	(250)	0	(120)
11	0	(215)	0	(1,2)	0	(250)	0	(120)

^a 2³ com total de 11 ensaios e com 3 repetições no ponto central.

As respostas para os ensaios do planejamento experimental foram avaliação sensorial e quantificação dos compostos voláteis. Os resultados foram analisados pelo *software estatística 10* e *Minitab*, levando em consideração o processo industrial e características intrínsecas do café solúvel os efeitos sobre as variáveis respostas

obtidas e a sua significância foram avaliadas em um nível de significância de 90% ($p \leq 0,10$) (RODRIGUES; IEMMA, 2009; HAALAND, 1989).

4.4 TRATAMENTO DOS DADOS

Para avaliação sensorial foi aplicado o teste de Kolmogorov Smirnov para verificar a normalidade dos dados originais. Posteriormente, foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e o teste de Tukey considerando a probabilidade menor que 10% significativa.

Para a verificação de como cada condição de processo interfere significativamente ($p \leq 0,10$) na concentração de cada composto volátil, utilizou-se o gráfico de pareto. A facilidade na utilização desses gráficos está atrelada na visualização clara e rápida dos defeitos que ocorrem com maior frequência para cada efeitos escolhido, ou seja para cada composto volátil (MONTGOMERY, 2009). Para isto, foram utilizados os procedimentos *Industriais Statistics – Experimental Design – DOE* do programa computacional *Statistica 10.0* (STATSOFT, 2010).

Além disso, foi aplicado a Análise de Componentes Principais (ACP) para os compostos voláteis que obtiveram influência das condições de processo, demonstrados nos gráficos de pareto e indicados pela leitura como possíveis contribuintes para o sabor e aroma de cereal. A ACP foi realizada utilizando os procedimentos *Multivariate Exploratory Techniques – Principal Components & Classification Analysis* do programa com programa computacional *Statistica 10.0* (STATSOFT, 2010).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 AVALIAÇÃO SENSORIAL

A equipe sensorial indicada para este trabalho, anteriormente percebia nas amostras de café solúvel aglomerado, um defeito de qualidade o qual foi denominado por eles como aroma e sabor de cereal (atributo). Aproveitando a descrição realizada pela equipe foi realizada a investigação desse defeito.

5.1.1 Seleção dos Provadores

A primeira etapa do treinamento dos provadores teve como objetivo a percepção do aroma e sabor fraco e forte de cereal, sendo para isso utilizada uma amostra produzida propositalmente em condições extremas do processo de aglomeração.

Em seguida, na segunda etapa do treinamento avaliou-se o desempenho dos provadores, cujos resultados mostram que cada provador tem bom poder de discriminação das amostras, ou seja, os resultados dos níveis de significância (p_{amostras}) em relação a discriminação das amostras (F_{amostras}) foi satisfatório para todos os provadores com $p_{\text{amostra}} < 0,30$. Já para a repetibilidade os resultados dos níveis de significância ($p_{\text{repetição}}$) são satisfatórios para 7 provadores com $p_{\text{repetição}} > 0,05$. Apenas com exceção do provador 1 (Tabela 10), pode-se observar que ele apresentou valor de “ p ” menor que 0,05 na repetição dos resultados.

Tabela 10 - Nível de significância para os provadores em função a discriminação das amostras (p_{amostras}) (p do teste F para amostras) e em função da repetibilidade ($p_{\text{repetição}}$) (p do teste F para repetição)

Provadores	p_{amostra}	$p_{\text{repetição}}$
1	<0,0001	0,03
2	0,0011	0,48
3	<0,0001	0,44
4	<0,0001	0,32
5	0,0006	0,34
6	<0,0001	0,90
7	<0,0001	0,25
8	<0,0001	0,27

Para $p_{\text{amostra}} < 0,30$ = provador selecionado.

Para $p_{\text{repetição}} > 0,05$ = provador selecionado

No que diz se refere ao aspecto concordância de cada provador com a equipe houve consenso entre os provadores, haja vista que todos apresentaram a mesma ordem decrescente (A, B e C) das amostras (Tabela 11). Além disso, cada provador obteve a mesma sequência decrescente das amostras quando comparada com a média das amostras da equipe (Tabela 11).

Tabela 11 – Média de cada provador e da equipe.

(continua)

Provador	Amostra	Intensidade Média do Atributo (cm)
1	A	6,97
	B	4,53
	C	3,03
	A	6,63

Tabela 11 – Média de cada provador e da equipe.

(conclusão)

Provador	Amostra	Intensidade Média do Atributo (cm)
2	B	4,03
	C	3,3
	A	7
3	B	4,3
	C	2,53
	A	6,77
4	B	4
	C	2,77
	A	6,33
5	B	4
	C	2,8
	A	6,8
6	B	3,93
	C	2,7
	A	7
7	B	4,23
	C	2,77
	A	7,07
8	B	4,07
	C	3,07
	A	6,82
Média da equipe	B	3,81
	C	2,87

Após a avaliação das respostas, tais como $p_{amostras} < 0,30, p_{repetição} > 0,05$, concordância entre os provadores e com a média da equipe, os 8 provadores foram

aprovados. Inclusive o provador 1 que presenteou valor de “ p ” menor que 0,05 na repetição dos resultados, mas levando em consideração os resultados satisfatórios para discriminação das amostras ($p_{amostras} < 0,30$) e a concordância com a equipe ele foi mantido no grupo.

5.1.2 Avaliação Sensorial das Amostras

Os provadores, após a seleção realizaram a prova das amostras produzidas variando condições de processo no aglomerador. As amostras foram dispostas na mesa de prova e cada provador realiza a avaliação sensorial, em seguida marcava na escala (Anexo 1) a intensidade percebida do atributo (aroma e sabor de cereal). Na Tabela 12 estão descritos em centímetros a intensidade do atributo (nota) percebida pelos provadores e a média para cada ensaio.

Tabela 12 – Resultado e média da intensidade do atributo por provador e para cada ensaio.

Resposta dos provadores da intensidade do atributo (cm) – nota									
Ensaio	1	2	3	4	5	6	7	8	Média
1	0,80	2,20	2,10	1,30	0,00	2,20	1,40	1,60	1,45
2	0,80	1,40	1,30	1,00	0,70	1,90	0,70	1,20	1,13
3	1,00	1,50	2,20	3,40	1,50	2,00	1,90	2,30	1,98
4	0,60	0,80	0,80	0,80	1,30	1,00	1,70	1,90	1,11
5	1,20	1,90	1,00	0,50	0,70	0,90	1,50	4,20	1,49
6	0,70	0,50	1,20	0,70	0,60	1,00	0,80	1,30	0,85
7	0,80	1,20	0,90	1,00	1,00	0,70	1,80	1,30	1,09
8	1,10	0,70	0,90	2,10	1,90	0,90	1,70	4,90	1,78
9	1,50	1,20	1,60	1,00	1,20	1,20	0,90	1,40	1,25
10	0,60	0,80	0,50	2,70	0,80	1,00	1,20	1,10	1,09
11	0,70	1,50	1,30	1,20	1,10	1,60	1,60	1,70	1,34

Antes de verificar se existe uma influência das variáveis do processo de aglomeração sobre as respostas da avaliação sensorial, os resultados dos 8 julgadores foram avaliados quanto a sua distribuição normal já que essa condição é necessário para utilização da análise de variância (ANOVA). Assim, realizou-se o teste de Kolmogorov Smirnov (KS) nas repostas originais dos provadores (Anexo 2) com o intuito de avaliar se a população de resultados sensoriais estava normalmente distribuída. Na Figura 6 foi possível observar que os mesmos não apresentavam distribuição normal já que o *Valor-p* < 0,05 determina a não normalidade dos resultados da avaliação sensorial (MONTGOMERY, 2001; MORAES, FERREIRA, BALESTRASSI, 2006).

Baseado em trabalhos de (JURAN, GRZYNA, 1992; MONTGOMERY, 2001; PORTAL ACTION, 2013), optou-se por realizar a transformação logarítmica (ln) (Anexo 2) nas respostas originais dos julgadores afim de obter dados normalmente distribuídos para avaliação sensorial. Após a transformação dos dados, observou-se que *Valor-p* > 0,05 foi atendido (Figura 7) e dessa maneira a distribuição foi considerada normal.

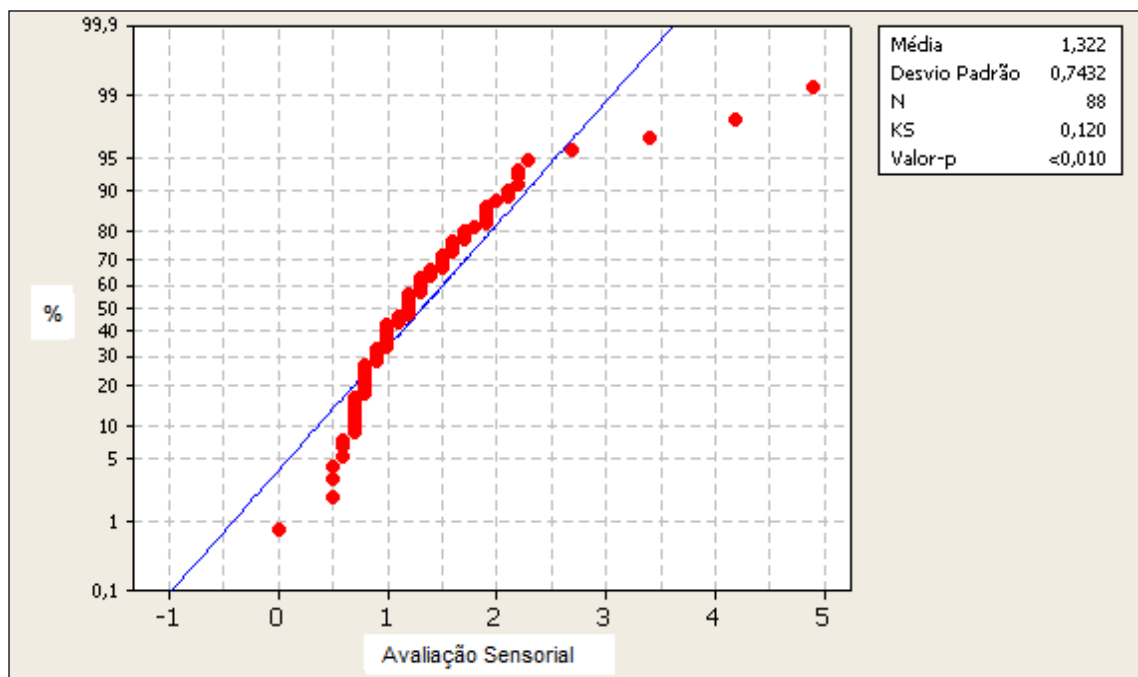


Figura 6 – Distribuição não normal das respostas originais da avaliação sensorial.

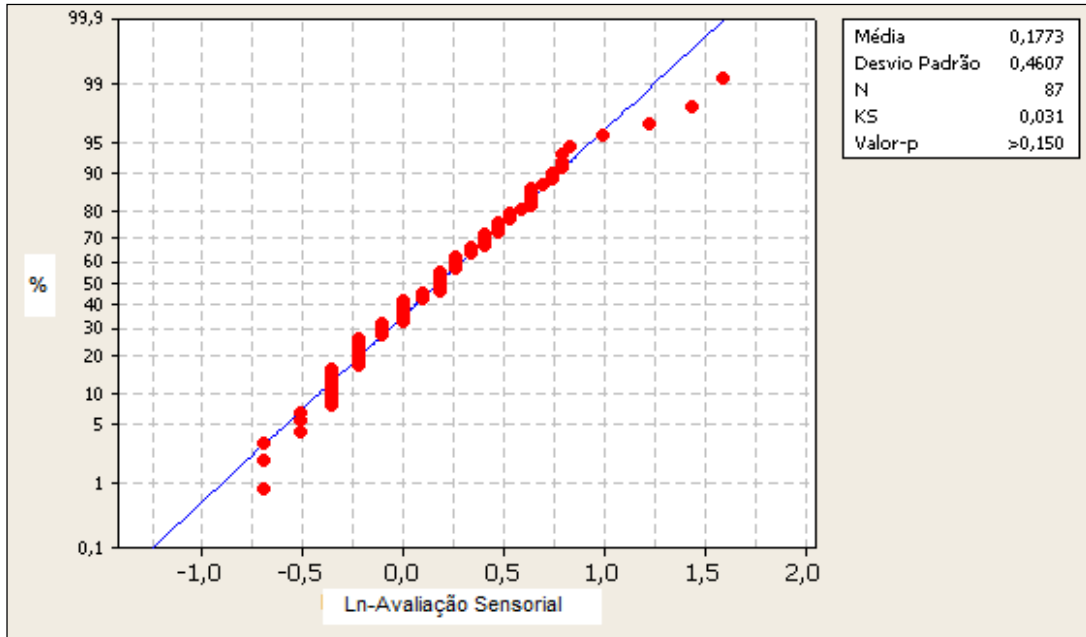


Figura 7 – Distribuição normal transformados em logaritmo neperiano (ln) da avaliação sensorial.

Para utilizar a análise de variância (ANOVA) é necessário que a condição básica de distribuição normal dos dados seja atendida. Assim, aos dados transformados da avaliação sensorial foi aplicada a ANOVA, onde as respostas estão expressas na Tabela 13. Foi possível observar que os efeitos principais e suas interações são significativos para o modelo com valor de $p \leq 0,10$, já para a curvatura onde $p > 0,10$ não foi considerada significativa.

Tabela 13 – ANOVA para dados transformados da avaliação sensorial.

Fonte de Variação	Graus de Liberdade	Soma dos Quadros das Médias	Soma dos Quadrados das Amostras	Variância do Quadrado Médio	Estatista Calculada (F)	Probabilidade (P)
Efeitos principais	4	2,9007	2,9142	0,72856	4,02	0,005
Interação entre 2 fatores	3	1,162	1,1691	0,38972	2,15	0,100
Curvatura	1	0,0566	0,0566	0,0566	0,31	0,578
Erro residual	78	14,1364	14,1364	0,18124		
Erro puro	78	14,1364	14,1364	0,18124		
Total	86	18,2557				

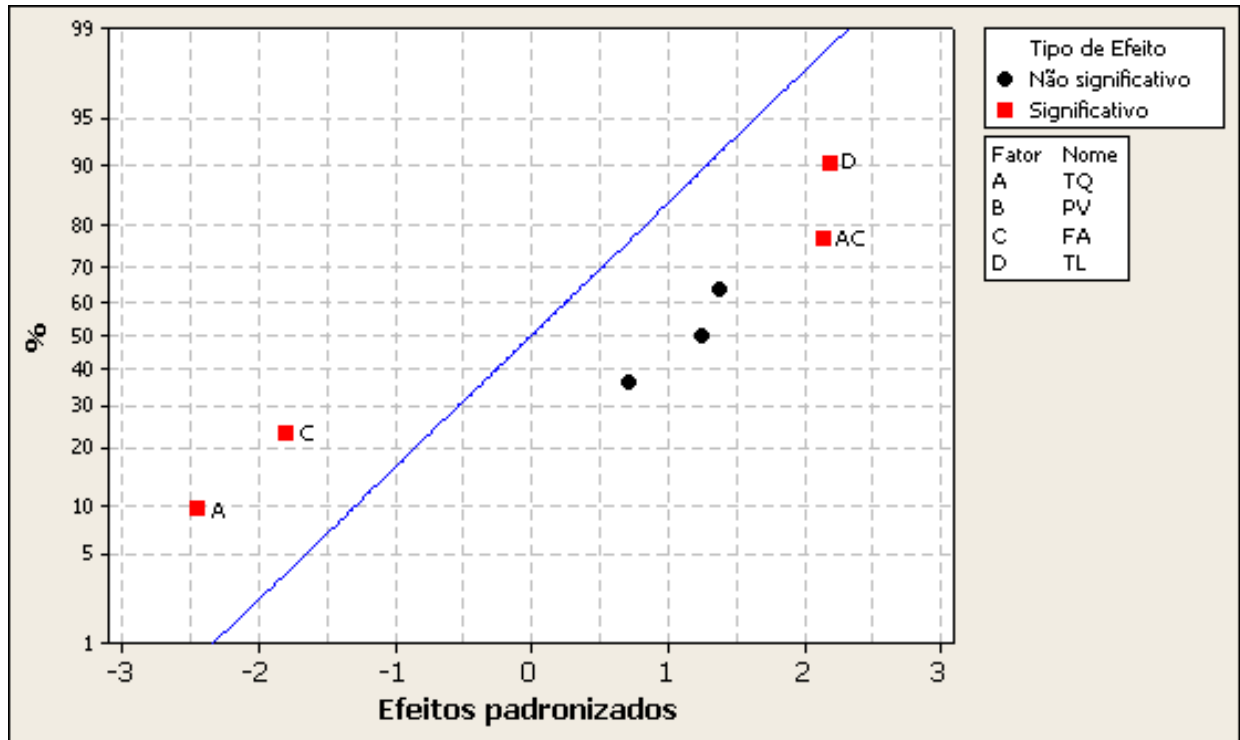
Após a ANOVA, onde foi mostrado que os efeitos principais e suas interações são significativos para a avaliação sensorial foi realizado o teste t para identificar quais as condições de processo e suas interações mostram-se significativas ($\alpha=10\%$). Na Tabela 14 os dados representam as condições de processo e suas interações significativas ($\alpha=10\%$) e os efeitos principais dos fatores sobre as respostas da avaliação sensorial. Observa-se que, TL (temperatura da seção do leito) e a interação TQ*FA (temperatura do queimador por fluxo de ar de processo) são significativos, onde $p<0,10$. Com base na escala (Anexo 1) as notas da avaliação sensorial podem aumentar ou diminuir dependendo do efeito para cada condição de processo ou interação (Tabela 14). Como por exemplo, aumentando a temperatura da seção do leito (TL) a nota na avaliação sensorial aumenta em 0,2342 cm e ainda, aumentando a temperatura do queimador e o fluxo de ar de processo (TQ*FA) a nota na avaliação sensorial aumenta em 0,2295 cm. Os efeitos principais como TQ e FA também foram significativos ($\alpha=10\%$), mas serão desconsiderados por que houve interação significativa ($p<0,10$) entre eles (TQ*FA).

Tabela 14 – Estimativa dos efeitos e coeficientes dos dados transformados da avaliação sensorial.

Condições de processo	Efeitos	Coeficientes	Erro nos coeficientes	Student (t)	Probabilidade (P)
TQ	-0,2621	-0,1311	0,05369	-2,44	0,017
PV	0,1471	0,0736	0,05369	1,37	0,175
FA	-0,1924	-0,0962	0,05369	-1,79	0,077
TL	0,2342	0,1171	0,05369	2,18	0,032
TQ*PV	0,1339	0,0669	0,05369	1,25	0,216
TQ*FA	0,2295	0,1148	0,05369	2,14	0,036
TQ*TL	0,0757	0,0379	0,05369	0,71	0,483

Na Figura 8 estão demonstradas e confirmadas as informações contidas na Tabela 16, onde A, B, C, D e AC correspondem às condições de processo TQ, PV, FA, TL e TQ*FA respectivamente. As condições de processo representadas

graficamente na Figura 8 por A, C, D e AC são consideradas significativas ($p < 0,10$). Assim, observar que A, C, D e AC são significativos conforme descrito na Figura 8. As condições de processo A e C foram desconsideradas por que houve a interação entre elas (AC).



Após a verificação dos dados para a avaliação sensorial a condição de processo D (TL) e a interação entre AC (TQ*FA) interferem significativamente ($p < 0,10$) no aumento na nota do atributo (sabor e aroma de cereal).

5.2 QUANTIFICAÇÃO DOS COMPOSTOS VOLÁTEIS DO CAFÉ SOLÚVEL AGLOMERADO

Durante a análise dos compostos voláteis foram observados em cada cromatograma, referentes as amostras dos onze ensaios, a presença de 460 a 480 picos. Desses, foram identificados 160 compostos voláteis prováveis por comparação com a biblioteca de espectros (NIST/2002).

Em seguida, com base em estudos anteriores realizados na Café Iguaçu e de um grupo de pesquisa da Universidade de Munique (Alemanha) coordenado pelo professor Grosch e posteriormente pelo professor Schieberle foram selecionados 44 compostos voláteis relevantes para o aroma de café torrado (BLANK; SEN; GROSCH, 1992; BASSOLI, 2006). A Figura 9 representa um cromatograma típico dos compostos voláteis encontrados.

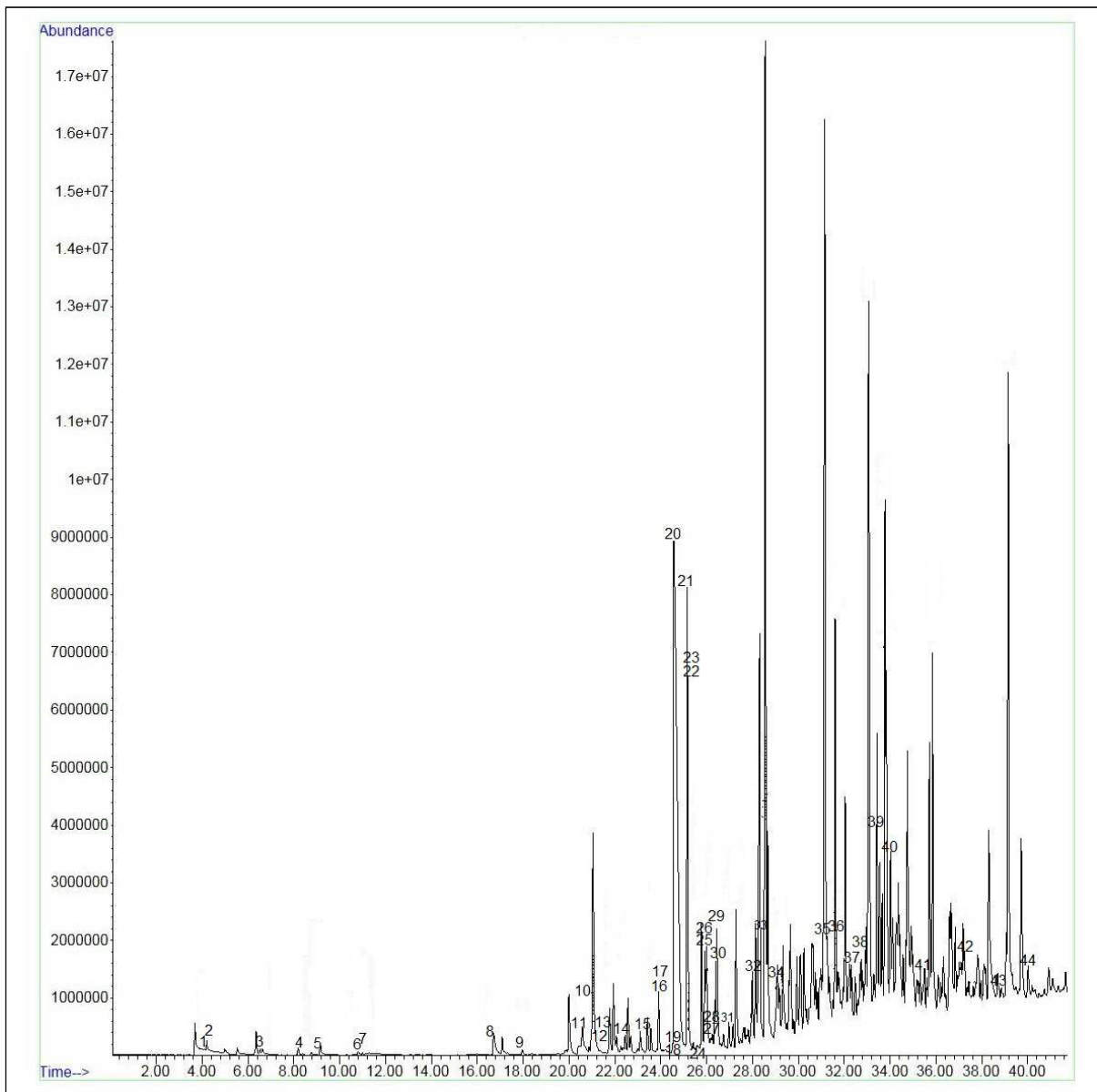


Figura 9 – Cromatograma dos compostos voláteis no café solúvel aglomerado

A quantificação dos 44 compostos com confirmação positiva foi realizada empregando-se curvas de calibração, provenientes da injeção de padrões externos no cromatógrafo. As equações das retas ($y = ax + b$) fornecidas pelas curvas de calibração foram todas significativas com nível de 95% de confiança, para qual x representa a concentração do composto do padrão externo injetado no cromatógrafo (ng/g) e y a área de cada pico cromatográfico (dados não apresentados).

Na Tabela 15 estão relacionados os compostos voláteis avaliados para café solúvel aglomerado e na Tabela 16 a concentração (quantificação) dos compostos voláteis provenientes dos 11 ensaios e da amostra controle (café solúvel em pó) coletada antes do processo de aglomeração. Na Tabela 16 observa-se que praticamente em todos os ensaios houve alteração na concentração dos compostos voláteis quando comparados com os da amostra controle.

Tabela 15 – Compostos voláteis avaliados no café solúvel aglomerado.

(continua)

Código ^a	Composto	Tempo de retenção ^b (min)	Íons Selecionados ^c				Identificação ^d
1	metanotiol	4,1	47	48	45		EM, PE
2	acetaldeído	4,2	44	29	43		EM, PE
3	3-metil-butanal	6,4	44	43	41	58 86	EM, PE
4	2,3-butanodiona	8,2	43	86	44		EM, PE
5	2,4-dimetil-3-pentanona	9	43	71	41	27 114	EM, PE
6	2,3-pentanodiona	10,6	43	57	100		EM, PE
7	dissulfeto de dimetila	10,7	94	79	45		EM, PE
8	piridina	16,3	79	50	51	52	EM, PE
9	pirazina	17,5	80	53	26		EM, PE
10	4-metiltiazol	20,4	99	71	72		EM, PE
11	3-hidroxi-2-butanona	20,5	45	43	88		EM, PE
12	2,5-dimetilpirazina	21,5	108	42	39	40	EM, PE
13	2,6--dimetilpirazina	21,6	108	42	40	39	EM, PE
14	2,3-dimetilpirazina	22,3	108	67	40		EM, PE
15	4,5-dimetiltiazol	23,3	113	71	86	85	EM, PE
16	2-etil-3-metilpirazina	24	122	121	69		EM, PE
17	2,3,5-trimetilpirazina	24	122	42	39		EM, PE
18	ácido acético	24,5	43	45	60		EM, PE
19	2-metoxi-3-etilpirazina	24,6	138	123	137		EM, PE
20	furfural	24,8	96	95	39		EM, PE

Tabela 15 – Compostos voláteis avaliados no café solúvel aglomerado.

(continua)

Código ^a	Composto	Tempo de retenção ^b (min)	Íons Seleccionados ^c				Identificação ^d
21	3-(metiltio)propionaldeído	25,3	48	104	47		EM, PE
22	2,3-dietil-5-metilpirazina	25,4	150	135	149		EM, PE
23	2-furfuriltiol	25,4	81	53	114		EM, PE
24	2,3,5,6-tetrametilpirazina	25,6	136	54	136	24	EM, PE
25	2-isobutil-3-metilpirazina	26	108	135	150		EM, PE
26	benzaldeído	26	106	77	105	51	EM, PE
27	acetato de furfurila	26,2	81	98	43	140	EM, PE
28	ácido propanoico	26,2	74	28	45	28	EM, PE
29	2-isobutil-3-metoxipirazina	26,5	124	108	135	107 150	EM, PE
30	3,7-dimetil-1,6-octadien-3-ol	26,6	71	41	43	93 153	EM, PE
31	5-metilfurfural	27	110	109	53	27	EM, PE
32	2-acetilpiridina	28	79	78	121		EM, PE
33	ácido isovalérico	28,3	60	87	102		EM, PE
34	2-acetil-3,5-dimetilpirazina	29,1	150	107	108		EM, PE
35	2-metoxifenol	31,2	109	124	81		EM, PE
36	álcool benzílico	31,7	79	108	107	77	EM, PE
37	2-feniletanol	32,3	91	92	65	122	EM, PE
38	3-hidroxi-2-metil-4-pirona	32,8	129	71	43		EM, PE
39	4-etil-2-etoxifenol	33,5	137	152	113		EM, PE
40	furaneol	34	128	43	57		EM, PE
41	2-metoxi-4-vinilfenol	35,5	150	135	107	77	EM, PE
42	cis-isoeugenol	37,3	164	77	149		EM, PE
43	5-(hidroximetil)furfural	38,8	97	126	41		EM, PE
44	vanilina	40,2	152	151	81		EM, PE

^a picos conforme cromatograma típico apresentado na Figura 9; ^b tempo de retenção em coluna HP-Innowax conforme condições experimentais descritas; ^c íons quantificadores em negrito e qualificadores; ^d EM = Espectro de massas experimentais comparados com a biblioteca (NIST/2002) e PE = identificação por comparação dos tempos de retenção e com EM dos padrão analítico puro.

Tabela 16 – Resultado da quantificação dos compostos voláteis

(continua)

Compostos voláteis	Ensaio (ng/g)											
	Controle	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Metanotiol	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	Nd	nd	nd
Acetaldeído	305,48	306,63	289,11	316,18	273,51	350,57	318,16	304,73	302,52	344,15	330,92	348,42
3-metil-butanal	16,52	13,67	13,73	15,02	13,11	16,14	13,00	14,13	15,08	16,18	15,73	14,94
2,3-butanodiona	8,45	9,94	10,26	10,92	11,68	11,39	10,04	10,00	10,45	11,87	11,36	11,62
2,4-dimetil-3-pentanona	0,18	0,23	0,23	0,16	0,17	0,17	0,16	0,22	0,19	0,22	0,24	0,24
2,3-pentanodiona	6,85	6,9	6,83	6,97	7,17	8,36	7,38	7,78	7,66	8,14	8,44	8,34
dissulfeto de dimetila	0,15	0,18	0,18	0,29	0,22	0,18	0,28	0,31	0,30	0,19	0,21	0,22
Piridina	29,47	43,81	45,62	41,6	41,4	32,52	32,83	33,33	30,56	35,33	36,56	37,15
Pirazina	10,21	8,12	13,08	12,50	7,80	12,02	8,28	8,36	17,64	11,11	10,87	11,61
4-metiltiazol	3,19	4,54	5,37	4,44	3,34	5,45	4,62	5,51	8,96	3,08	3,03	2,88
3-hidroxi-2-butanona	39,9	32,61	33,07	31,84	31,99	34,22	32,82	34,37	19,98	31,48	34,83	30,56
2,5-dimetilpirazina	45,68	69,96	61,68	62,6	59,93	63,99	51,76	53,07	52,27	55,89	55,83	56,66
2,6-dimetilpirazina	10,15	55,14	56,22	53,12	46,22	16,23	10,14	11,47	14,25	22,14	21,74	22,56
2,3-dimetilpirazina	13,05	22,67	23,1	22,23	25,48	25,14	15,89	13,57	16,84	18,52	19,31	17,68
4,5-dimetiltiazol	1,80	2,56	4,47	4,12	2,10	3,85	2,44	2,36	3,54	2,23	2,45	2,10
2-etil-3-metilpirazina	18,47	28,5	29,14	28,57	28,52	20,5	19,32	19,76	23,51	20,75	21,44	20,03
2,3,5-trimetilpirazina	22,34	22,47	23,23	22,58	22,45	23,72	23,46	24,03	23,72	25,2	26,09	24,37
Acetaldeído	305,48	306,63	289,11	316,18	273,51	350,57	318,16	304,73	302,52	344,15	330,92	348,42
2-metoxi-3-metilpirazina	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	Nd	nd	Nd
Furfural	243,60	210,82	209,08	204,63	200,79	217,35	210,37	218,48	217,50	224,79	221,74	227,38
3-(metiltio)propionaldeído	8,14	8,23	6,92	7,23	7,93	7,68	6,59	7,77	8,67	8,67	7,58	8,41
2,3-dietil-5-metilpirazina	0,60	1,63	1,19	1,14	1,50	0,64	0,79	0,55	0,61	1,00	0,97	0,90

Tabela 16 – Resultado da quantificação dos compostos voláteis

(conclusão)

Compostos voláteis (ng/g)	Ensaio											
	Controle	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
2-furfurilthiol	1,51	1,16	1,36	1,20	Nd	1,32	0,80	0,94	1,16	1,21	1,17	1,10
2,3,5,6-tetrametilpirazina	2,60	2,64	2,75	2,82	2,65	2,86	2,74	2,79	2,89	3,08	3,08	2,84
2-isobutil-3-metilpirazina	nd	nd	nd	nd	Nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd	nd
Benzaldeído	3,26	2,05	2,26	2,77	2,25	2,63	2,43	2,58	2,58	2,83	2,64	2,79
acetato de furfurila	4,96	0,01	nd	nd	5	0,21	0,20	nd	0,24	0,15	0,16	0,13
ácido propanoico	153,85	153,69	160,74	166,98	166,01	168,52	166,48	165,61	166,63	172,12	177,56	176
2-isobutil-3-metoxipirazina	0,67	0,77	0,80	0,69	0,85	0,86	0,78	0,89	0,70	0,83	0,94	0,88
3,7-dimetil-1,6-octadien-3-ol	1,34	1,37	1,44	1,78	1,93	1,77	1,65	1,81	1,80	1,91	1,90	1,92
5-metilfurfural	106,47	83,68	90,84	85,41	85,77	89,55	88,76	92,44	87,45	91,05	94,3	95,08
2-acetilpiridina	5,54	5,02	5,38	5,01	5,15	5,05	5,02	5,54	4,92	5,48	5,87	5,40
ácido isovalérico	108,38	107,85	113,92	116,48	116,74	113,78	122,92	116,14	112,20	119,44	126,31	118,73
2 acetil-3,5-dimetilpirazina	2,08	2,44	2,59	2,14	2,94	2,30	1,81	3,02	1,66	2,26	2,19	2,56
2-metoxifenol	199,47	193,65	219,29	229,37	194,04	207,25	198,35	202,95	218,41	206,34	203,42	207,2
álcool benzílico	4,76	4,56	5,62	8,96	5,57	4,89	5,19	9,55	5,53	4,92	5,54	5,12
2-feniletanol	11,79	13,23	14,74	9,23	10,45	15,77	11,69	9,47	16,74	12,63	12,04	12,19
3-hidroxi-2-metil-4-pirona	1168,1	1349,87	1342,18	1377,72	1404,98	1429,34	1420,94	1427,36	1484,04	1499,59	1458,36	1442,09
4-etil-2-etoxifenol	81,39	111,33	102,82	110,76	102,92	121,87	123,78	120,88	114,91	98,30	91,51	90,27
Furaneol	124,77	205,37	289,22	280,76	175,24	311,17	210,60	190,93	321,49	180,89	171,26	181,11
2-metoxi-4-vinilfenol	161,41	207,47	212,11	204,42	213,63	195,66	167,19	170,50	174,37	184,7	191,63	188,13
cis-iso Eugenol	2,53	3,23	2,98	3,23	3,17	3,25	3,20	2,95	3,39	3,29	2,86	2,90
5-(hidroximetil)furfural	852,14	896,16	797,41	921,86	834,10	1012,61	1008,01	878,47	1064,39	915,34	864,17	954,35
Vanilina	24,56	32,08	29,51	31,26	30,36	32,21	34,32	28,73	34,20	30,41	29,32	29,28

nd: não detectado

5.3 INFLUÊNCIA DAS CONDIÇÕES DE PROCESSO NOS COMPOSTOS VOLÁTEIS

Com vistas a entender como as variáveis do processo afetam ou não a resposta, as respostas dos 11 ensaios realizados foram avaliados analisando os gráficos de Pareto. Os efeitos principais e suas interações de segunda ordem apresentam-se na forma de barras horizontais e o seu comprimento é proporcional ao valor absoluto das estimativas do efeito. A linha vertical que secciona o gráfico indica o intervalo de confiança, geralmente de 95% ($p = 0,05$). Por tratar-se de estudos realizados em planta industrial o intervalo de confiança adotado foi de 90% (MONTGOMERY, 2009). As barras que ultrapassarem a linha que representa $p=0,10$ serão consideradas significativas (RODRIGUES; IEMMA, 2009; HAALAND, 1989).

Os sinais dos efeitos e de suas interações podem ser interpretados da seguinte maneira, valores positivos demonstram um aumento na resposta quando a variável segue em direção ao seu nível máximo. Para os valores negativos, indicam maiores respostas em direção ao nível inferior da variável (MARTENDAL, 2007; MONTGOMERY, 2009).

Já para o sinal das interações dos efeitos, valores positivos indicam que a resposta aumentará se ambas as variáveis forem em direção ao mesmo nível, inferior ou superior. Ainda para as interações dos efeitos, os valores negativos indicam um aumento na resposta se as variáveis forem em direções contrárias, ou seja, uma variável segue em direção ao nível superior e a outra em direção ao nível inferior (MARTENDAL, 2007; MONTGOMERY, 2009).

Na Tabela 17 estão descritas as condições processo com os seus respectivos códigos utilizados neste trabalho para os gráficos de Pareto e para ACP.

Tabela 17 – Descrição dos efeitos principais e interações dos efeitos aplicados nos Gráficos de Pareto e ACP

Efeitos Principais/Interações	Descrição
1 ou TQ	Temperatura do queimador
2 ou PV	Pressão de vapor
3 ou FA	Fluxo de ar de processo
4 ou TL	Temperatura da seção leito
1por2 ou TQ*PV	Temperatura do queimador por pressão de vapor
1por3 ou TQ*FA	Temperatura do queimador por fluxo de ar de processo
1por4 ou TQ*TL	Temperatura do queimador por temperatura da seção do leito

5.3.1 Compostos Voláteis não Influenciados pelas Condições de Processo

Os resultados obtidos com o planejamento experimental expresso pelo gráfico de pareto para os compostos voláteis do café demonstraram que dos 41 compostos quantificados apenas 10 não foram influenciados significativamente ($p \leq 0,10$) pelas condições de processo e suas interações. São eles: 3-hidroxi-2-butanona (11), 2,3,5-trimetilpirazina (17), ácido acético (18), 3-(metiltio) propionaldeído (21), 2,3,5,6-tetrametilpirazina (24), ácido propanoico (28), 5-metilfurfural (31), 2-acetilpiridina (32), ácido isovalérico (33) e cis-isoeugenol (42) não foram (Figura 10A-C).

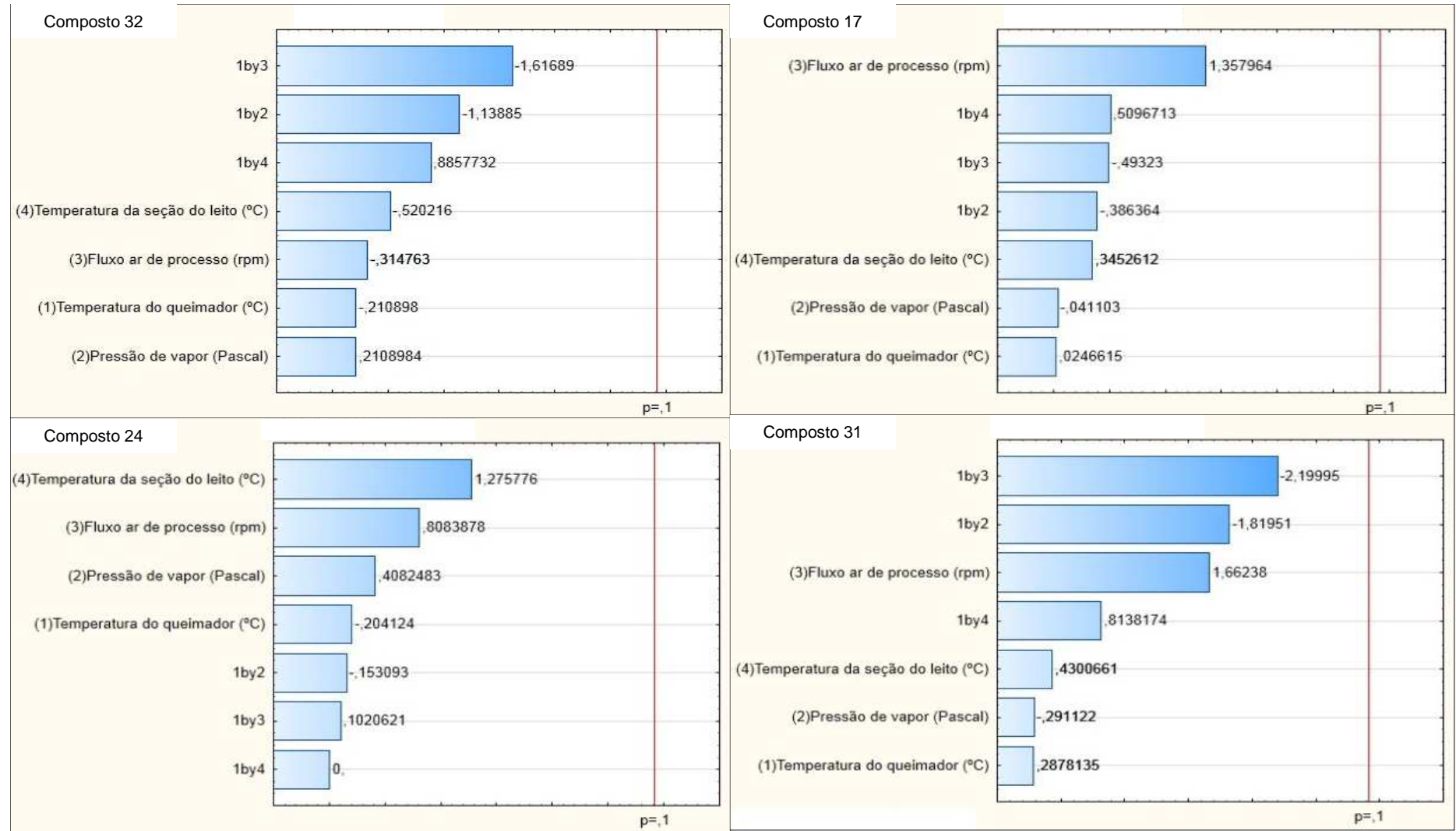


Figura 10A – Gráfico de Pareto dos compostos voláteis onde as condições processo e as interações não foram significativas ($p \leq 0,10$)

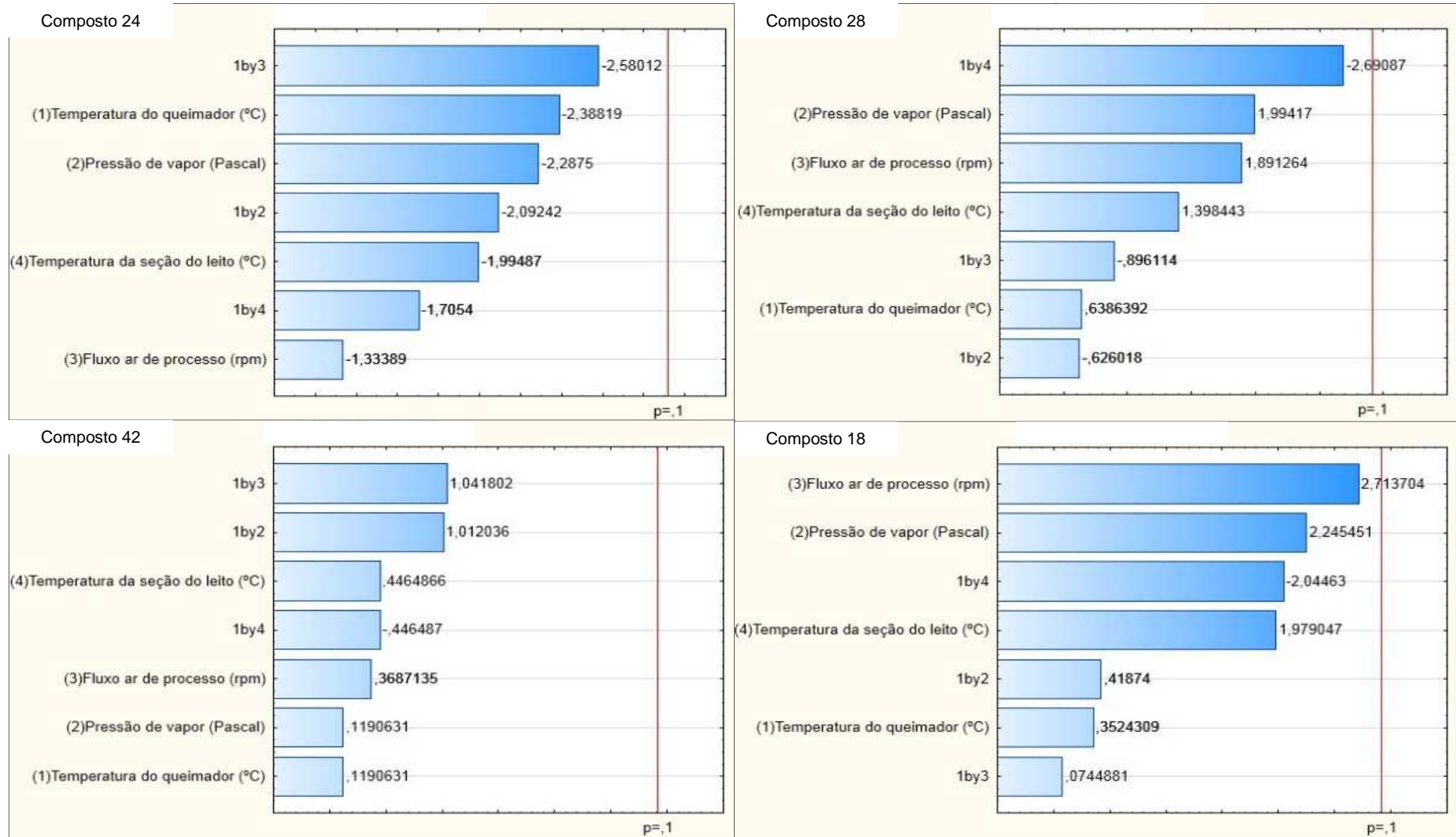


Figura 10B – Gráfico de Pareto dos compostos voláteis onde as condições processo e as interações não foram significativos ($p \leq 0,10$)

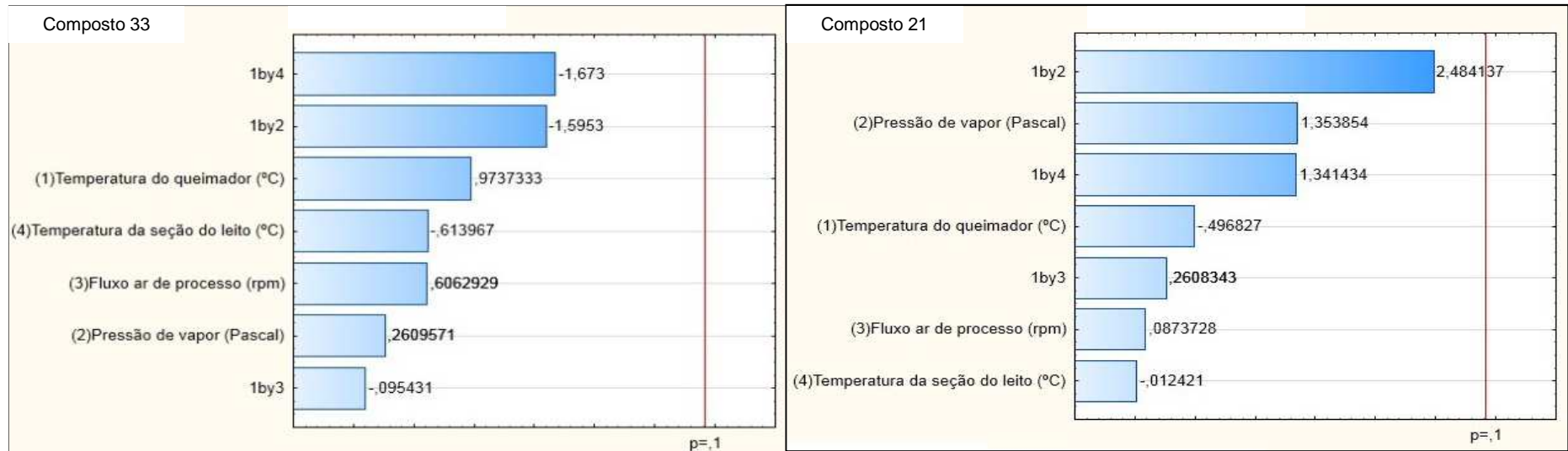


Figura 10C – Gráfico de Pareto dos compostos voláteis onde as condições processo e as interações não foram significativas ($p \leq 0,10$)

5.3.2 Compostos Voláteis Influenciados pelas Condições de Processamento

5.3.2.1 Compostos voláteis que conferem qualidade sensorial positiva

A qualidade sensorial positiva no café torrado é formada por compostos voláteis, os quais proporcionam alguns sabores e aromas agradáveis. Como por exemplo, alguns desses sabores e aromas são os amanteigados, frutais e caramelo conferidos pelos compostos voláteis 2,3-butanodiona, álcool benzílico e furaneol, respectivamente. (BLANK; SEM; GROSH, 1991; SEMMERLOCH, 1995; SCHENKER et al, 2002; BASSOLI, 2006).

Neste trabalho, nove são os compostos voláteis que conferem qualidade sensorial positiva e recebem influência das condições de processo são os 3-metilbutanal (3), 2,3-butanodiona (4), 2,4-dimetil-3-pentanona (5), 2,3-pentanodiona (6), benzaldeído (26), álcool benzílico (36), 3-hidroxi-2-metil-4-pirona (38), furaneol (40) e vanilina (44). Nas Figuras 11A-H as condições de processo (variáveis) e suas interações influenciam os compostos voláteis com diferentes combinações. Com vistas nos compostos voláteis 3, 6, 26 e 38, cada um desses foi influenciado por apenas uma condição de processo. Assim, os demais compostos voláteis 4, 5, 36, 40 e 44 são influenciados por mais de uma condição de processo e/ou suas interações.

As barras horizontais de maior tamanho indicam qual a condição de processo ou interação tem influência mais significativa ($p \leq 0,10$) no composto volátil. O sinal positivo indica que a concentração aumentou quando a condição de processo ou interação atingiu o nível máximo. Por outro lado, o sinal negativo demonstra que a concentração do composto volátil aumentou quando a condição de processo atingiu o valor mínimo. Já para a interação com valor negativa, a concentração do composto volátil aumentou quando as variáveis caminharam em direções opostas, ou seja, uma variável vai para o nível máximo e a outra vai para o nível mínimo.

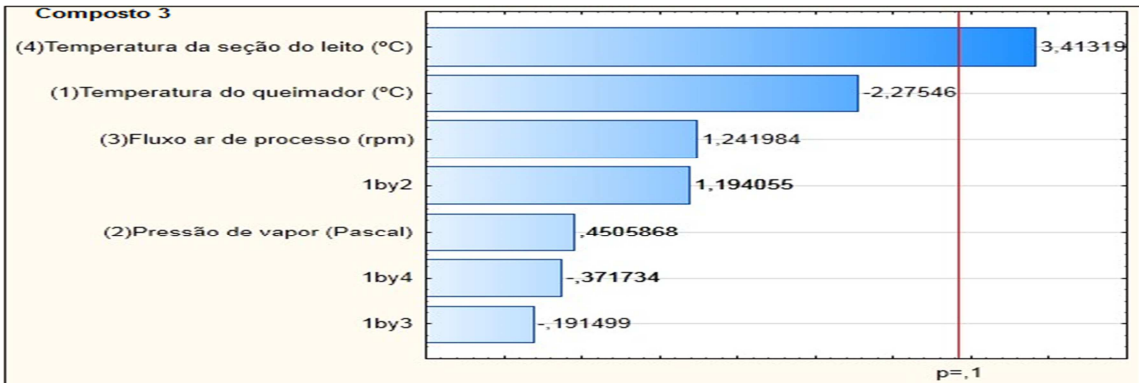


Figura 11A – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a temperatura da seção quente do leite foi significativo ($p \leq 0,10$)

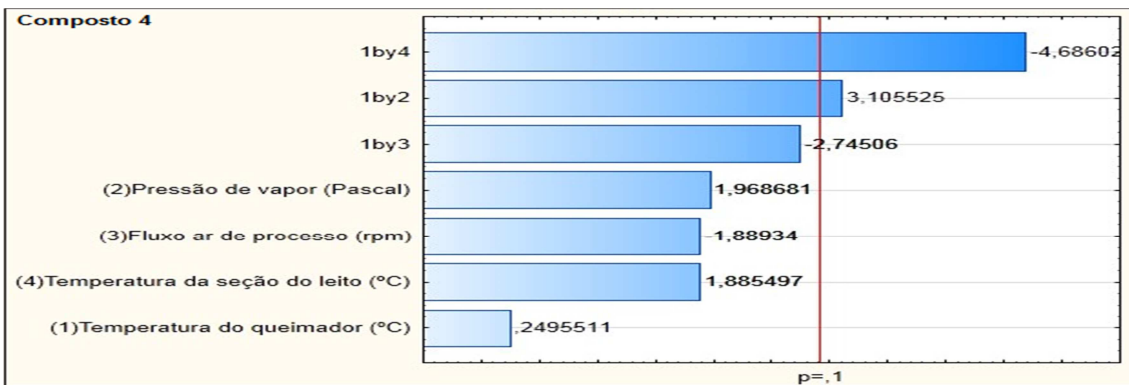


Figura 11B – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde as interações (temperatura do queimador por temperatura da seção do leite e por pressão de vapor) são significativos ($p \leq 0,10$)

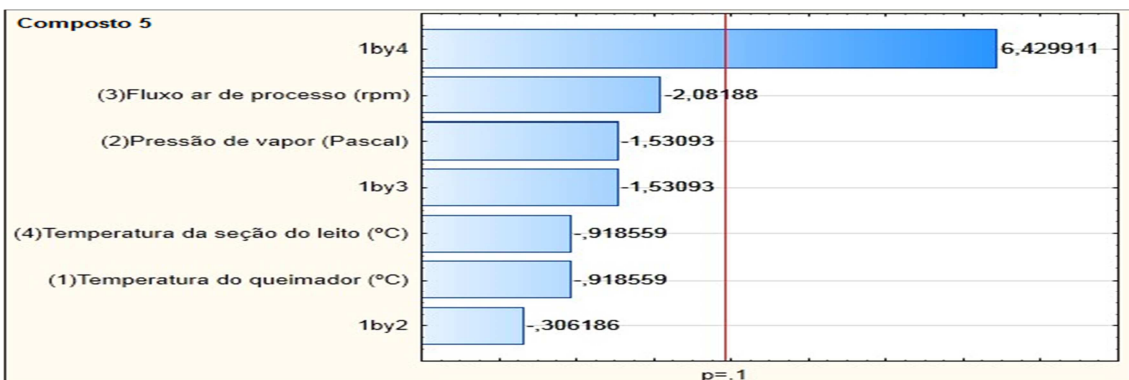


Figura 11C – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a interação (temperatura do queimador por temperatura da seção do leite) é significativo ($p \leq 0,10$)

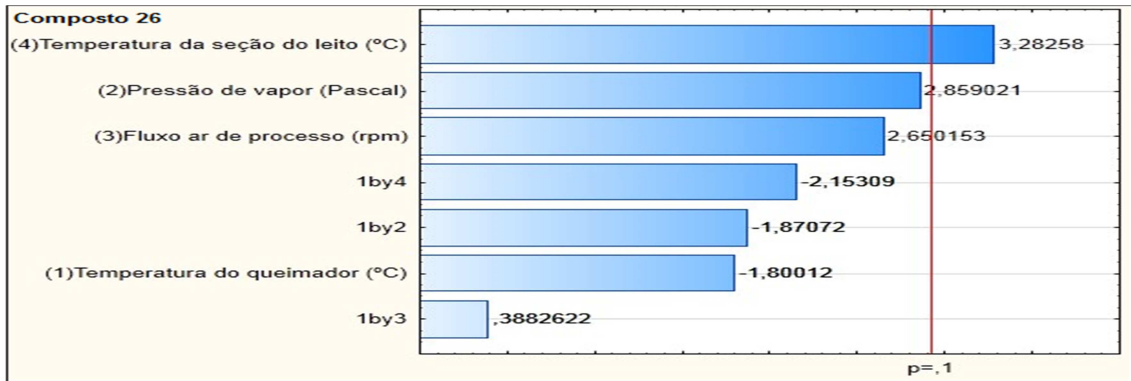


Figura 11D – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a temperatura da seção do leito é significativo ($p \leq 0,10$)

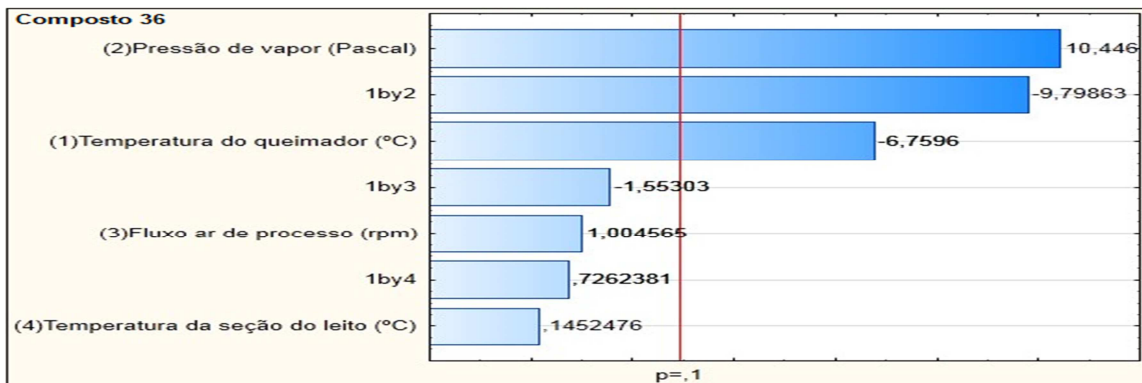


Figura 11E – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a pressão de vapor, temperatura do queimador e a interação (temperatura do queimador por pressão de vapor) são significativos ($p \leq 0,10$)

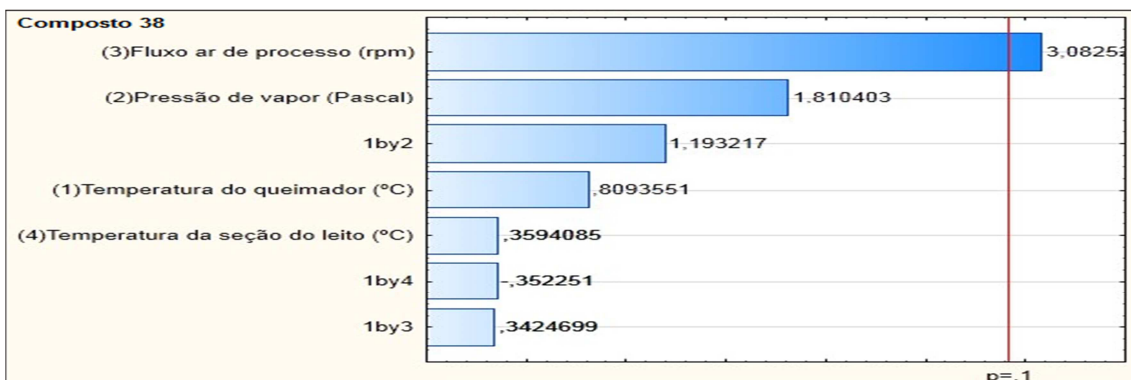


Figura 11F – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde o fluxo de ar de processo é significativo ($p \leq 0,10$)

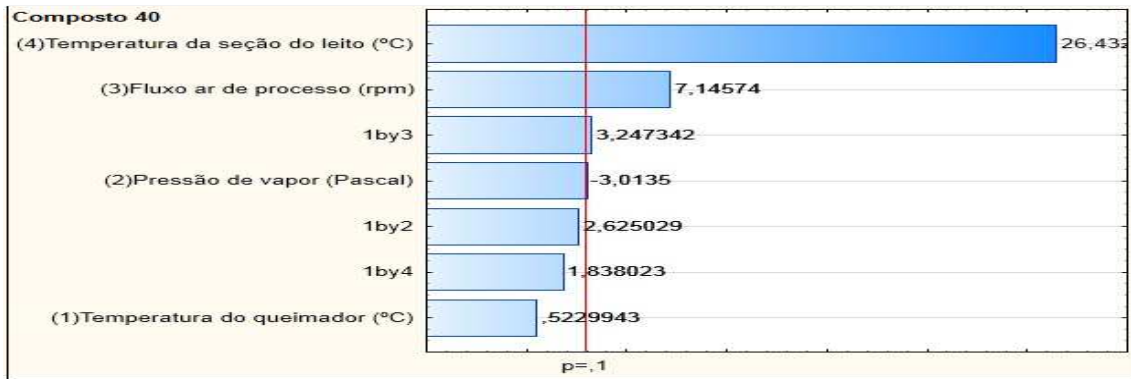


Figura 11G – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a temperatura da seção do leite, o fluxo de ar de processo, a interação (temperatura do queimador por fluxo de ar de processo) e pressão de vapor são significativos ($p \leq 0,10$)

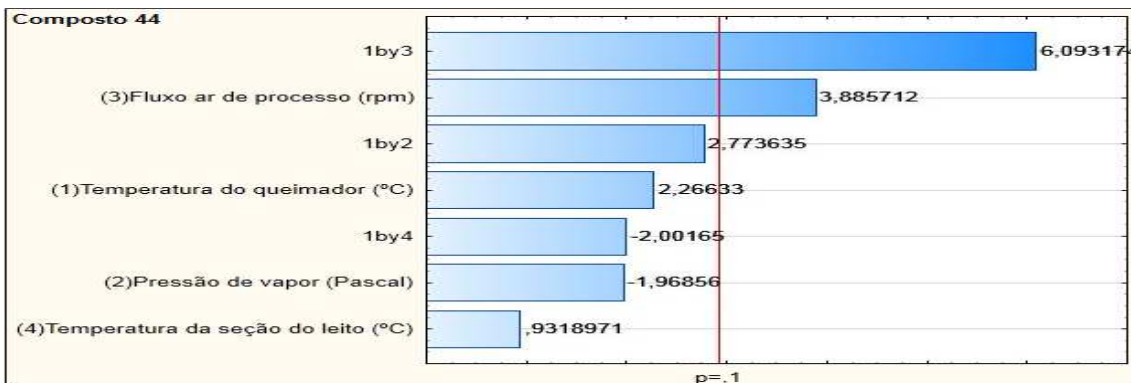


Figura 11H – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a interação (temperatura do queimador por fluxo de ar de processo) e fluxo de ar de processo são significativos ($p \leq 0,10$)

5.3.2.2 Compostos voláteis que conferem qualidade sensorial negativa

Da mesma maneira que para a qualidade sensorial positiva, existem os compostos voláteis que fornecem a qualidade sensorial negativa para o café. Assim, alguns exemplos desses compostos voláteis são a pirazina, piridina, 2-metoxifenol e 2,6-dimetil pirazina que proporcionam respectivamente aroma e sabor de alimentos processados termicamente (cozido), de café torrado velho, de fenólico ou condimento e de éter (BLANK; SEM; GROSH, 1991; DE MARIA; MOREIRA; TRUGO, 1999; SEMMERLOCH, 1995; SCHENKER et al, 2002).

Com base na literatura e na Tabela 4, foram classificados vinte e dois compostos voláteis que recebem influência das condições de processo, e conferem

qualidade sensorial negativa ao café. Os compostos são acetaldeído (2), dissulfeto de dimetila (7), piridina (8), pirazina (9), 4-metiltiazol (10), 2,5-dimetilpirazina (12), 2,6-dimetilpirazina (13), 2,3-dimetilpirazina (14), 4,5-dimetiltiazol (15), 2-etil-3-metilpirazina (16), furfural (20), 2,3-dietil-5-metilpirazina (22), 2-furfurilthiol (23), acetato de furfurila (27), 2-isobutil-3-metoxipirazina (29), 3,7-dimetil-1,6-octadien-3-ol (30), 2-acetil-3,5-dimetilpirazina (34), 2-metoxifenol (35), 2-feniletanol (37), 4-etil-2-etoxifenol (39), 2-metoxi-4-vinilfenol (41) e 5-(hidroximetil) furfural (43) (BLANK; SEM; GROSH, 1991; DE MARIA; MOREIRA; TRUGO, 1999; SEMMERLOCH, 1995; SCHENKER et al, 2002; AGRETI et al., 2008; CAPRIOLI et al., 2012).

Dentre esses vinte e dois compostos voláteis, foi observado que treze compostos, tais como, piridina (8), pirazina (9), 4-metiltiazol (10), 2,5-dimetilpirazina (12), 2,6-dimetilpirazina (13), 2,3-dimetilpirazina (14), 4,5-dimetiltiazol (15), 2-etil-3-metilpirazina (16), 2-furfurilthiol (23), 2-metoxifenol (35), 2-feniletanol (37), 4-etil-2-etoxifenol (39), 2-metoxi-4-vinilfenol (41) estão agrupados no grupo olfatométrico queimado ou torrado ou cereal (Tabela 4), onde a característica de cereal é classificada como positiva para a bebida do café (BASSOLI, 2006). Já para o presente trabalho o sabor e aroma de cereal percebido pela avaliação sensorial da bebida de café é classificado como indesejada. Além disso, os treze compostos têm relação direta, segundo a literatura, com descritores sensoriais, odores ou grupos olfatométricos que descrevem características conferindo o sabor ou aroma de cereal. Na Tabela 18 estão relacionados os compostos voláteis com seus descritores sensoriais, odores ou grupos olfatométricos que lembram cereais.

Tabela 18 – Compostos voláteis relacionados com sabor e aroma de cereal

(continua)

Compostos Voláteis	Descritores		Referências
	Sensoriais/odores	Grupo olfatométrico	
Piridina (8)	Café torrado velho	Queimado, torrado e cereal	DE MARIA; MOREIRA; TRUGO (1999) BASSOLI (2006)
Pirazina (9)	Milho, doce extremamente forte	Queimado, torrado e cereal; mofado e terra; químico, etérico e solvente	DE MARIA; MOREIRA; TRUGO (1999) BASSOLI (2006)
4-metiltiazol (10)	Vegetais, carne, torrado e nozes	Queimado, torrado e cereal; mofado e terra	DE MARIA; MOREIRA; TRUGO (1999) BASSOLI (2006)
2,5-dimetilpirazina (12)	Gramma, nozes	Queimado, torrado e cereal; frutal; nozes; mofado e terra;	DE MARIA; MOREIRA; TRUGO (1999) BASSOLI (2006)
2,6-dimetilpirazina (13)	Eter	Queimado, torrado e cereal; químico, etérico e solvente; tempero, cozido e sulfuroso	DE MARIA; MOREIRA; TRUGO (1999) BASSOLI (2006)
2,3-dimetilpirazina (14)	Óleo de linhaça	Queimado, torrado e cereal; frutal; nozes; mofado e terra;	DE MARIA; MOREIRA; TRUGO (1999) BASSOLI (2006)
4,5-dimetiltiazol (15)	Vegetais, carne, torrado e nozes	Queimado, torrado e cereal;	DE MARIA; MOREIRA; TRUGO (1999) BASSOLI (2006)
2-etil-3-metilpirazina (16)	Nozes	Queimado, torrado e cereal; frutal; químico etérico e solvente	DE MARIA; MOREIRA; TRUGO (1999) BASSOLI (2006)
2-furfurilthiol (23)	Torrado (café), torrado fresco	Queimado, torrado e cereal; doce e caramelo; químico, etérico e solvente	SEMMELOCH et al. (1995); SCHENKER et al. (2002) BASSOLI (2006)
2-metoxifenol (35)	Fenólico, codimento	Queimado, torrado e cereal; defumado e fenólico; químico, etérico e solvente	SEMMELOCH et al. (1995); SCHENKER et al. (2002) BASSOLI (2006)

Tabela 18 – Compostos voláteis relacionados com sabor e aroma de cereal

(conclusão)

Compostos Voláteis	Descritores		Referências
	Sensoriais/odores	Grupo olfatométrico	
2-feniletanol (37)	---	Queimado, torrado e cereal	BASSOLI (2006)
4-etil-2-etoxifenol (39)	Codimento	Queimado, torrado e cereal; defumado e fenólico	SEMMEYROCH et al. (1995); SCHENKER et al. (2002) BASSOLI (2006)
2-metoxi-4-vinilfenol (41)	Codimento	Queimado, torrado e cereal; defumado e fenólico;	SEMMEYROCH et al. (1995); SCHENKER et al. (2002) BASSOLI (2006)

Conforme as Figuras 12 A-U observam-se que, as condições de processo e as suas interações interferem de diferentes maneiras em cada composto volátil. Assim, os compostos 9, 10 e 27 são influenciados por todas as condições de processo e suas interações. Já para os compostos 15, 16, 20, 39 e 43 cada um é influenciado por uma condição de processo. Os compostos 2, 7, 8, 12, 13, 14, 22, 23, 29, 30, 34, 35, 37 e 41 são influenciados por mais de uma condição de processo e/ou por uma ou por mais de uma interação das condições de processo.

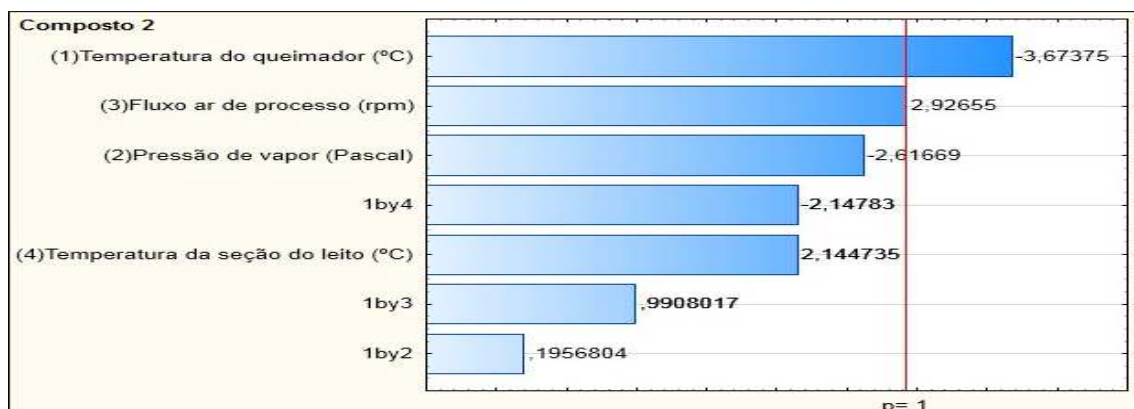


Figura 12A – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a temperatura do queimador e fluxo de ar de processo são significativos ($p \leq 0,10$)

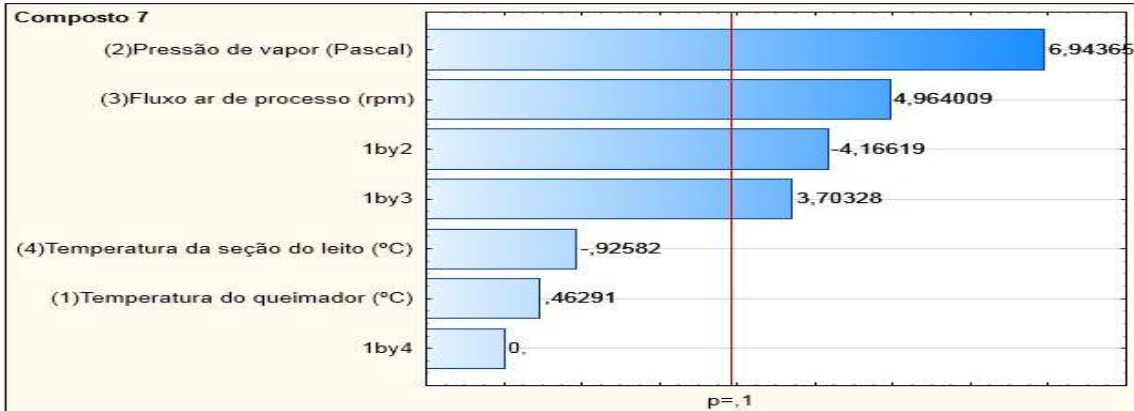


Figura 12B – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a pressão de vapor, fluxo de ar de processo e as interações entre temperatura do queimador por pressão de vapor e por fluxo de ar de processo são significativos ($p \leq 0,10$)

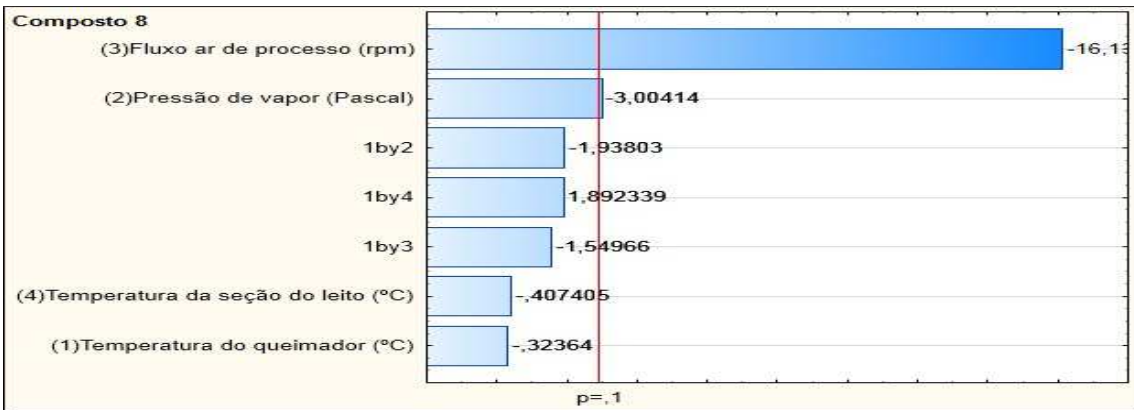


Figura 12C – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde o fluxo de ar de processo e pressão de vapor são significativos ($p \leq 0,10$)

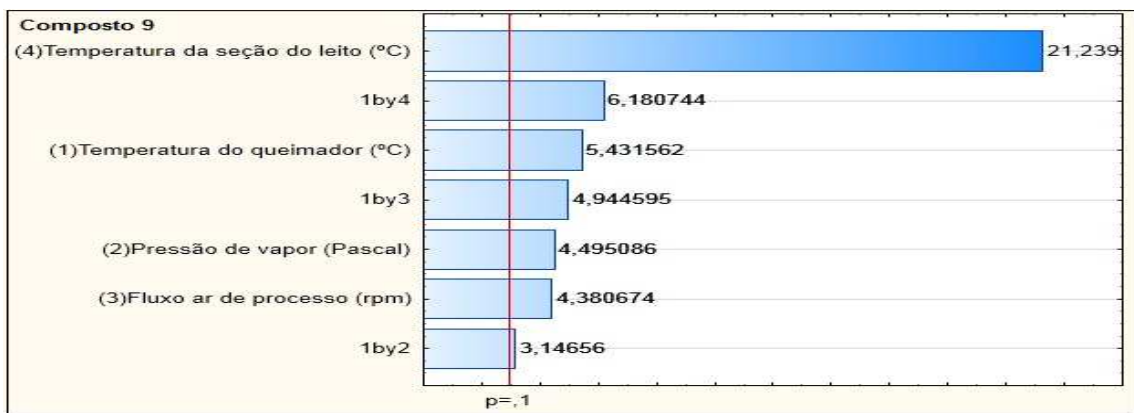


Figura 12D – Gráfico de Pareto para os compostos solúveis onde todas as variáveis e interações do processo de aglomeração foram significativos ($p \leq 0,10$)

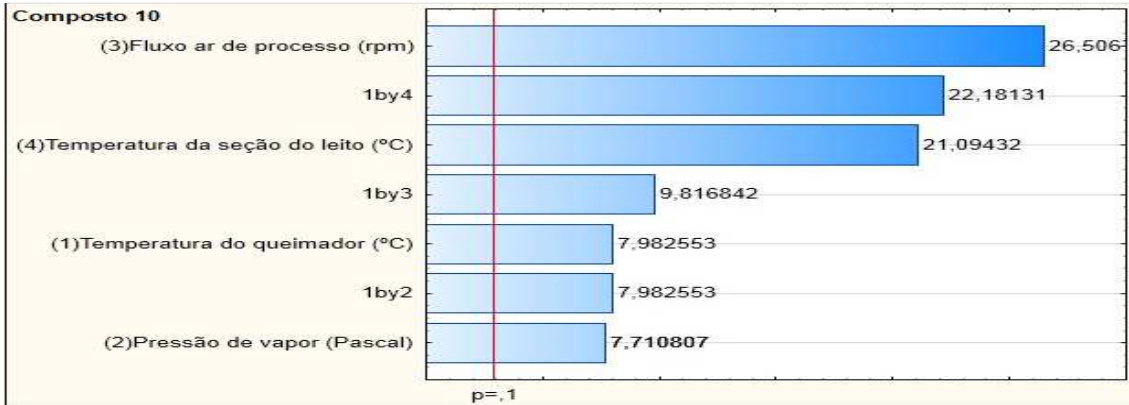


Figura 12E – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde todas as variáveis e interações do processo de aglomeração foram significativas ($p \leq 0,10$)

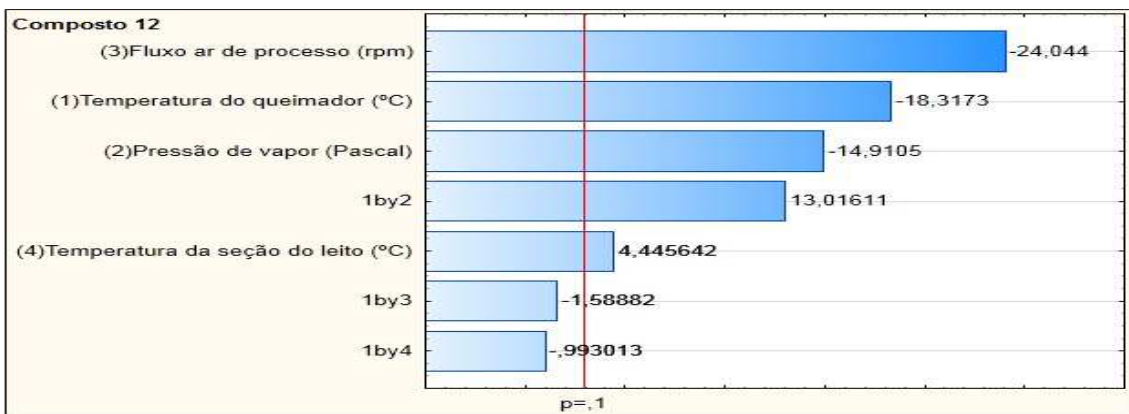


Figura 12F – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde fluxo de ar de processo, temperatura do queimador, pressão de vapor, temperatura da seção do leito e as interações entre temperatura do queimador por pressão de vapor são significativos ($p \leq 0,10$)

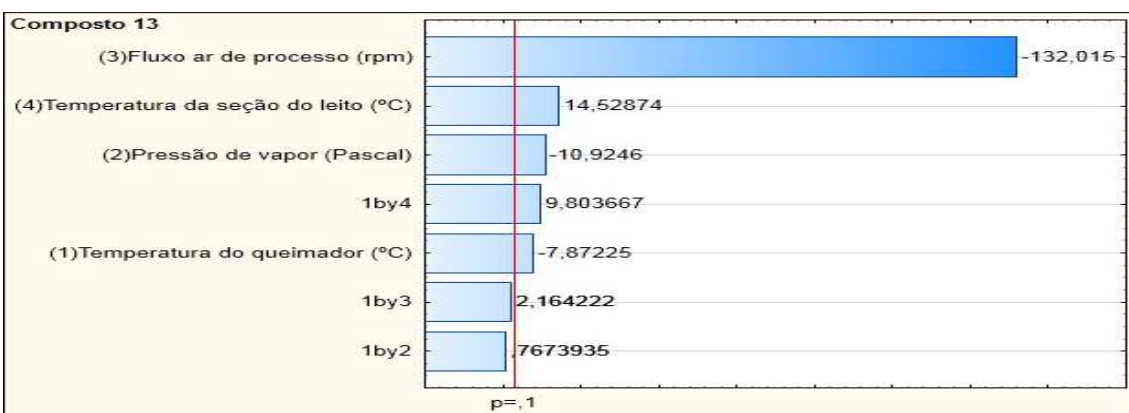


Figura 12G – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde fluxo de ar de processo, temperatura da seção do leito, pressão de vapor, temperatura do queimador e as interações entre temperatura do queimador por temperatura da seção do leito são significativos ($p \leq 0,10$)

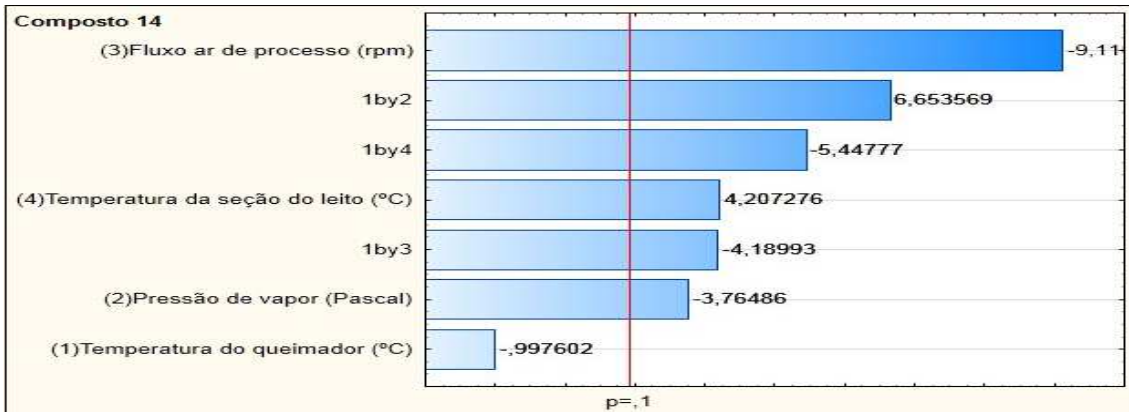


Figura 12H – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde fluxo de ar de processo, temperatura da seção do leito, pressão de vapor e as interações entre temperatura do queimador por pressão de vapor, por temperatura da seção do leito e por fluxo de ar de processo são significativos ($p \leq 0,10$)

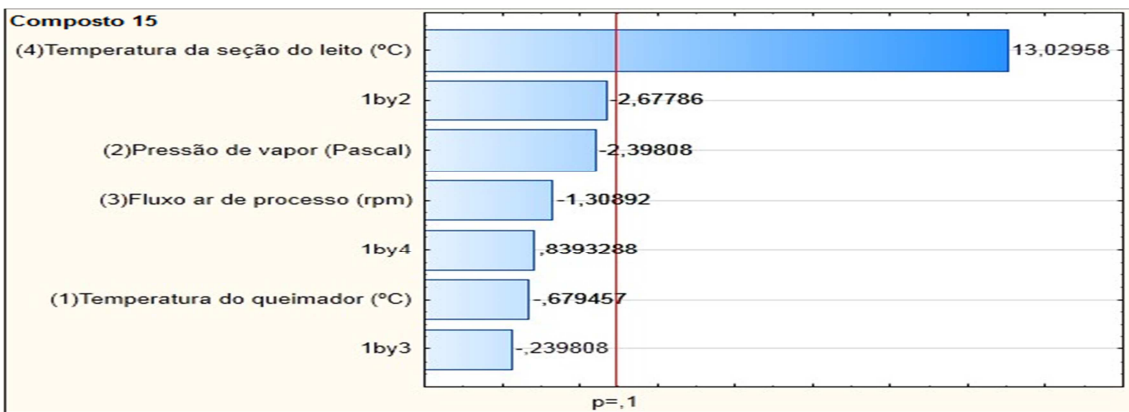


Figura 12I - Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a temperatura da seção do leito foi significativo ($p \leq 0,10$)

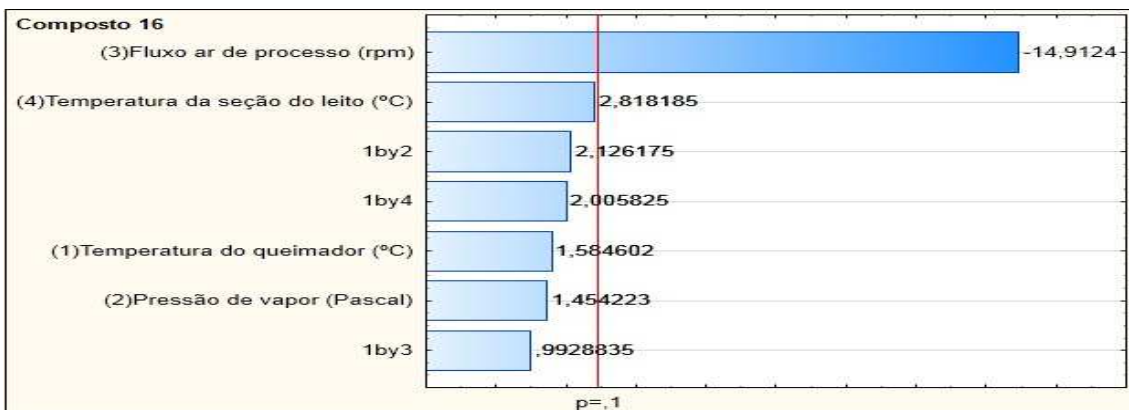


Figura 12J – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde fluxo de ar de processo foi significativo ($p \leq 0,10$)

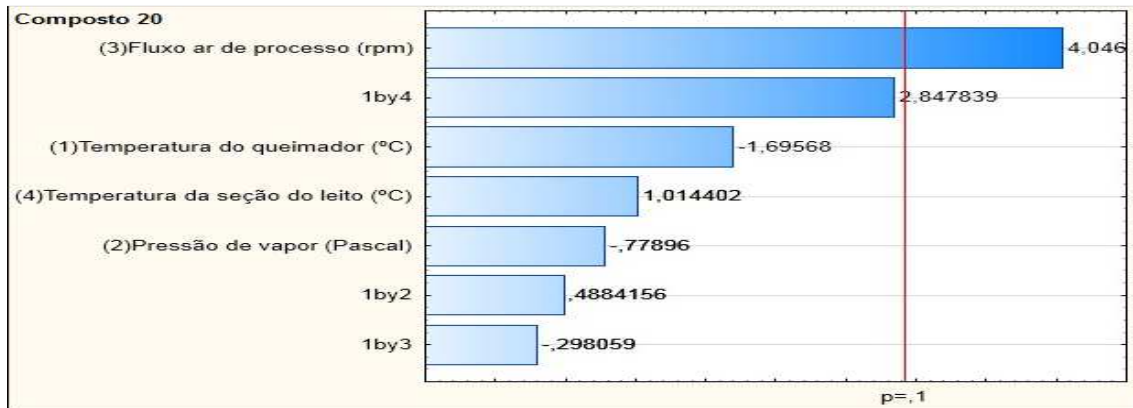


Figura 12K – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde o fluxo de ar de processo foi significativo ($p \leq 0,10$)

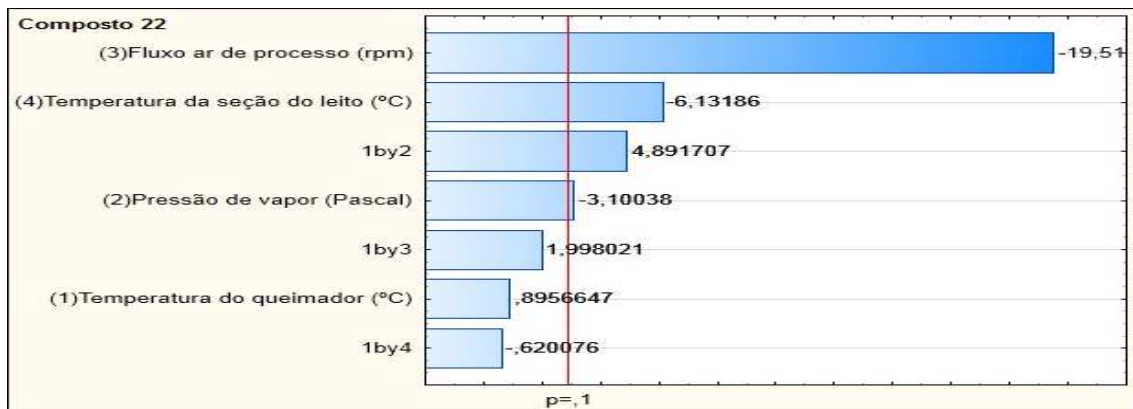


Figura 12L – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde fluxo de ar de processo, temperatura da seção do leito, pressão de vapor e as interações entre temperatura do queimador por pressão de vapor são significativos ($p \leq 0,10$)

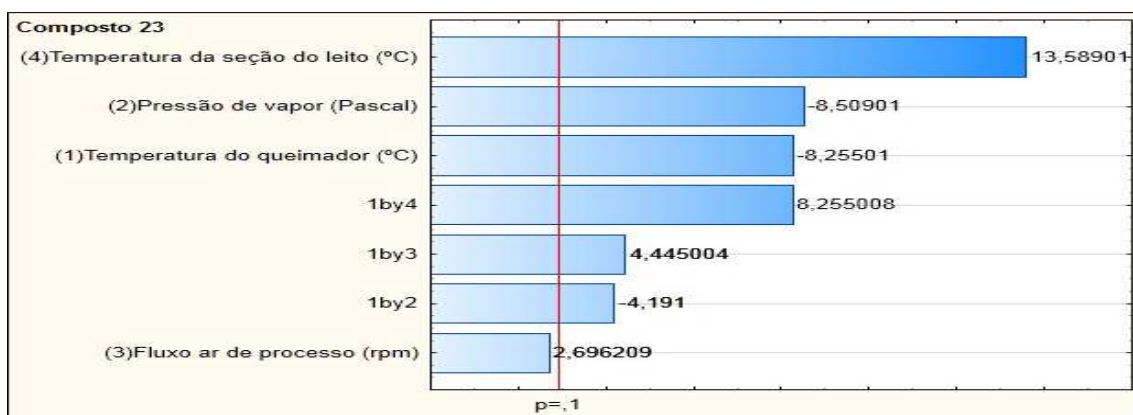


Figura 12M – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a temperatura da seção do leito, pressão de vapor, temperatura do queimador e as interações temperatura do queimador por temperatura da seção do leito, por fluxo de ar de processo e por pressão de vapor são significativos ($p \leq 0,10$)

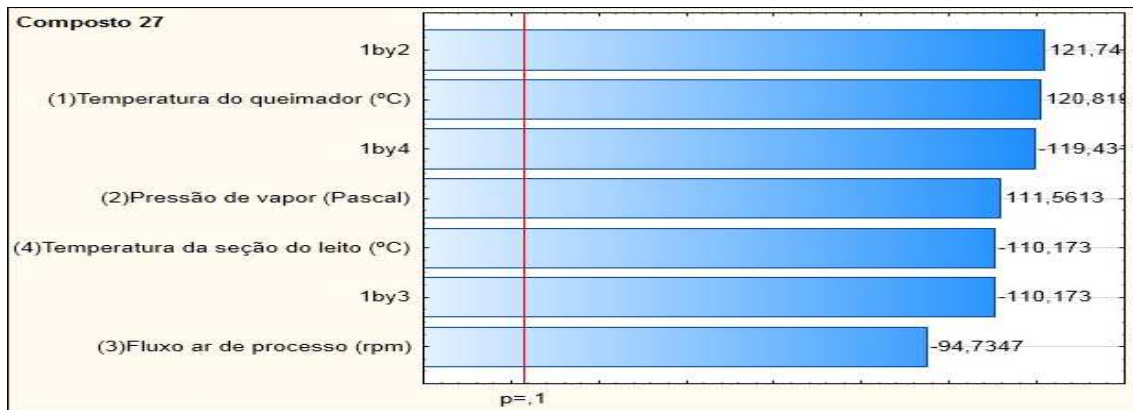


Figura 12N – Gráfico de Pareto para os compostos solúveis onde todas as variáveis e interações do processo de aglomeração foram significativos ($p \leq 0,10$)

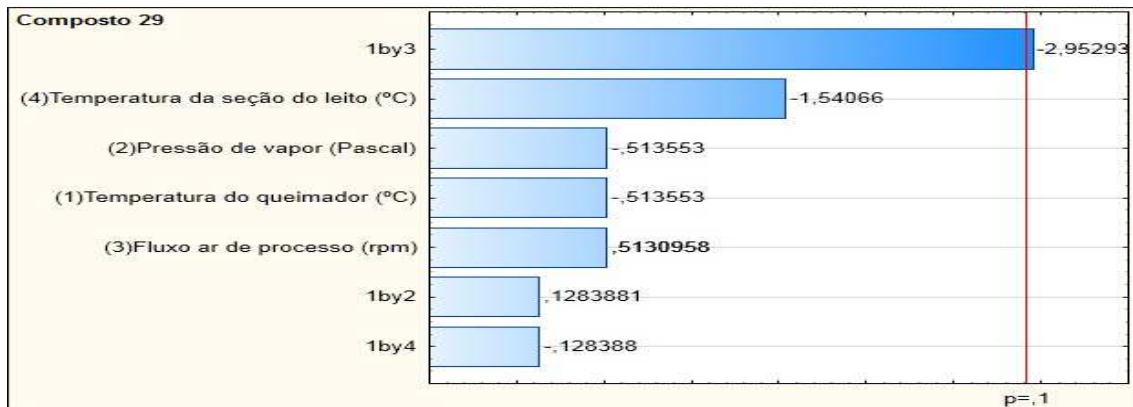


Figura 12O - Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a interação da temperatura do queimador por fluxo de ar de processo foi significativo ($p \leq 0,10$)

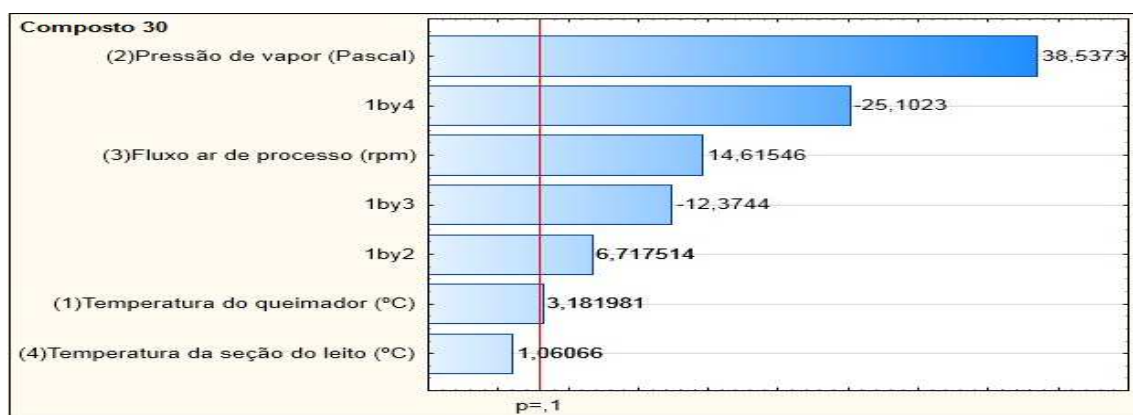


Figura 12P – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a pressão de vapor, fluxo de ar de processo, temperatura do queimador e as interações entre temperatura do queimador por temperatura da seção do leito, por fluxo de ar de processo e por pressão de vapor são significativos ($p \leq 0,10$)

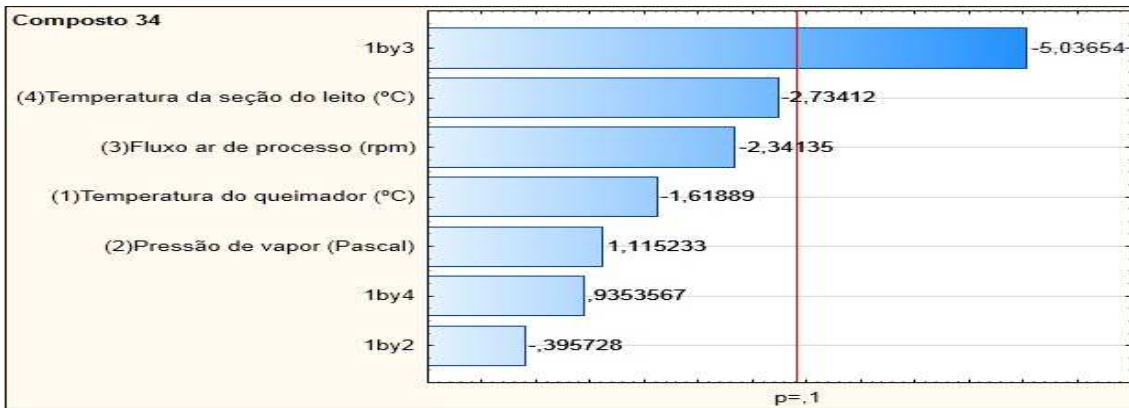


Figura 12Q - Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a interação da temperatura do queimador por fluxo de ar de processo foi significativo ($p \leq 0,10$)

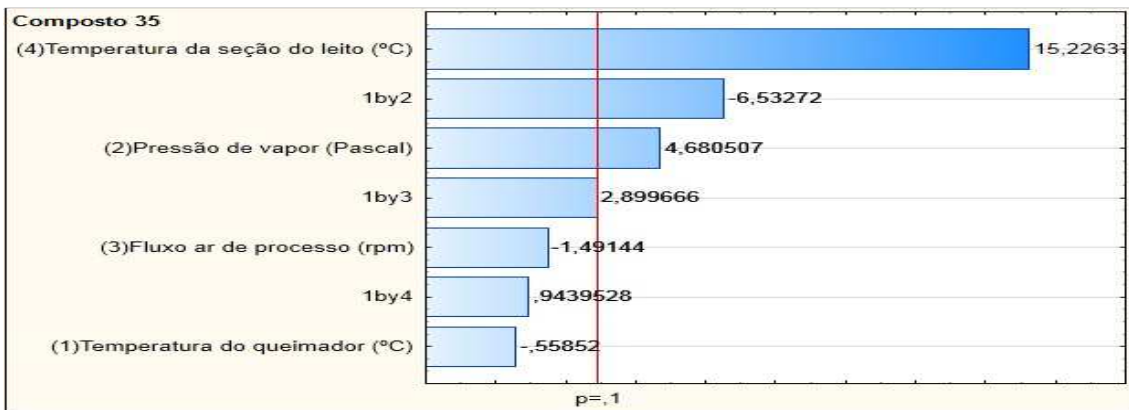


Figura 12R – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a temperatura da seção do leito, pressão de vapor as interações entre temperatura do queimador por pressão de vapor e por fluxo de ar de processo são significativos ($p \leq 0,10$)

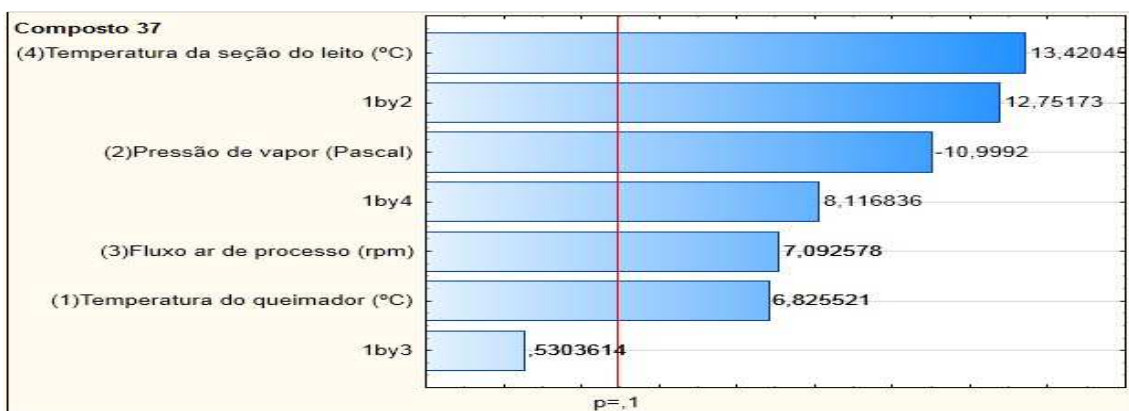


Figura 12S – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde a temperatura da seção do leito, pressão de vapor, fluxo de ar de processo, temperatura do queimador e as interações entre temperatura do queimador por pressão de vapor e por temperatura da seção do leito são significativos ($p \leq 0,10$)

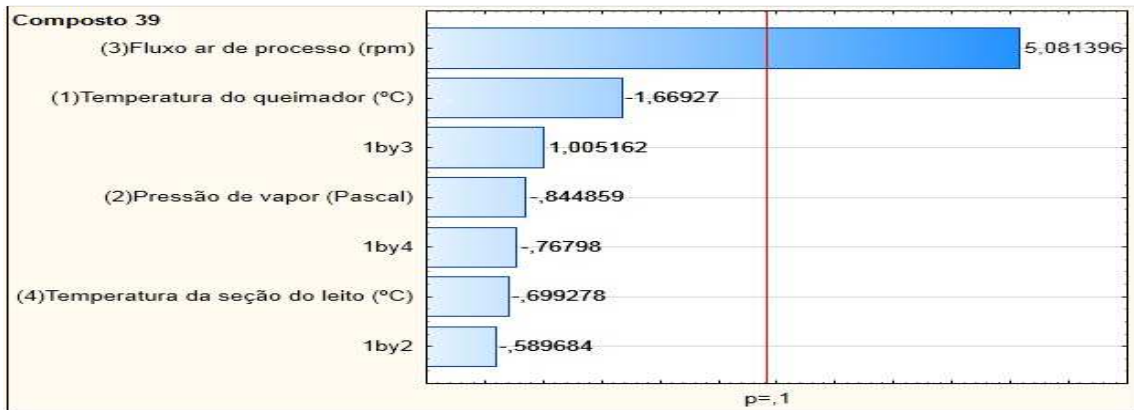


Figura 12T – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde fluxo de ar de processo foi significativo ($p \leq 0,10$)

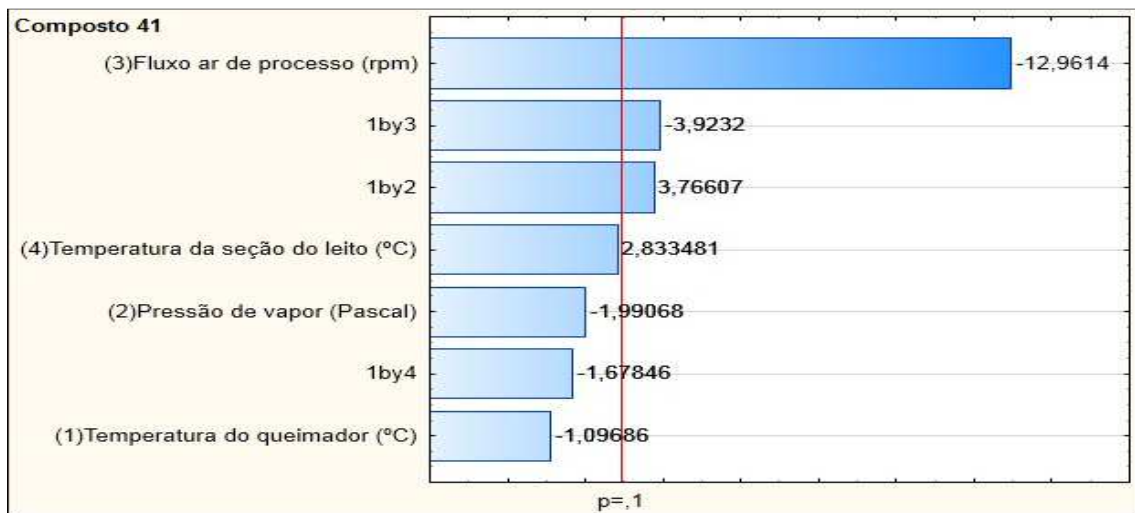


Figura 12U – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde fluxo de ar de processo e as interações entre temperatura do queimador por fluxo de ar de processo e por pressão de vapor são significativos ($p \leq 0,10$)

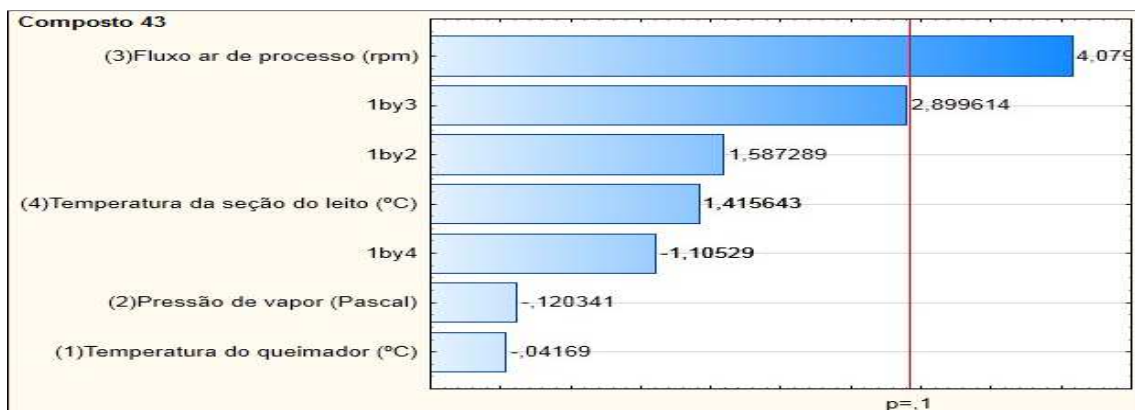


Figura 12V – Gráfico de Pareto para o composto volátil onde o fluxo de ar de processo é significativo ($p \leq 0,10$)

5.4 ANÁLISE DE COMPONENTES PRINCIPAIS

Com intuito de comprovar se realmente há interferência das condições de processo sobre o teor dos compostos voláteis característicos do sabor e aroma de cereal (Tabela 14) em café solúvel aglomerado e na avaliação sensorial, realizaram-se análises de Componentes Principais (ACP). As variáveis ativas foram os teores dos compostos voláteis contidos na Tabela 14 e a avaliação sensorial. Já as variáveis suplementares foram a temperatura do queimador (TQ), pressão de vapor (PV), fluxo de ar de processo (FA) e temperatura da seção do leito (TL).

Os dados expressos na Tabela 19 consistem dos autovalores obtidos pela ACP assim como os percentuais de variância correspondentes da transformação dos dados originais em componentes principais.

Tabela 19 – Extração dos componentes principais por ACP para o comportamento dos compostos com aroma e sabor de cereal no café solúvel aglomerado em função das variações da temperatura do queimador, pressão de vapor, fluxo de ar de processo e temperatura da seção do leito.

Número de Componentes	Autovalores	% da variância	Autovalores acumulados	% da variância explicada acumulada
1	5,395163	38,536882	5,395163	38,536882
2	4,143792	29,598516	9,538956	68,135398
3	1,434044	10,243168	10,972999	78,378566
4	1,11008	7,929145	12,08308	86,307711
5	0,795482	5,682014	12,878562	91,989725
6	0,615114	4,393672	13,493676	96,383397
7	0,438696	3,133544	13,932372	99,516941
8	0,042798	0,305698	13,97517	99,822639
9	0,021092	0,15066	13,996262	99,9733
10	0,003738	0,0267	14	100

A ACP está sintetizada na Figura 13, utilizando-se os dois primeiros componentes principais os quais explicam um maior percentual (68,13%) dos dados originais. Percebe-se que os compostos numerados conforme a Tabela 15, como

por exemplo, a piridina (8), 2-metoxi-4-vinilfenol (41), 2,3 dimetilpirazina (14), 2,5-dimetilpirazina (12) e 2,6-dimetilpirazina (13) sofrem influência inversa do fluxo de ar de processo por que se encontra em quadrante opostos e o 4-metiltiazol (10) sofre influência direta dessa variável. Estas influências podem ser consideradas fortes pois as variáveis estão próximas do circuito unitário e quanto mais próximas, maior a influência inversa e direta da variável suplementar sobre as variáveis ativas.

Já a pirazina (9), 2-metoxifenol (35), 4,5-dimetiltiazol (15) e a AS (avaliação sensorial) sofrem influência direta da temperatura da seção do leito. Os compostos 4-etil-2-etoxifenol (39), 2-furfuriltiol (23) e 2-feniletanol (37) aparentam não sofrer influência das condições de processo por encontrarem-se longe do círculo unitário. Já para o 2-etil-3-metilpirazina (16) aparenta não sofrer influência das condições de processo por encontrar-se sobreposto ao eixo x. Ainda para as variáveis suplementares pressão de vapor e temperatura do queimador, respectivamente, será desconsiderada por que estão longe do círculo unitário exercendo pouca influência sobre os compostos voláteis e a AS.

Além disso, os compostos voláteis com raio próximo ao círculo unitário e que se encontram no mesmo quadrante da AS, tais como, pirazina (9), 2-metoxifenol (35), 4,5-dimetiltiazol (15) são indicados pela ACP como os mais representatividade na formação de sabor e aroma de cereal para a AS (avaliação sensorial).

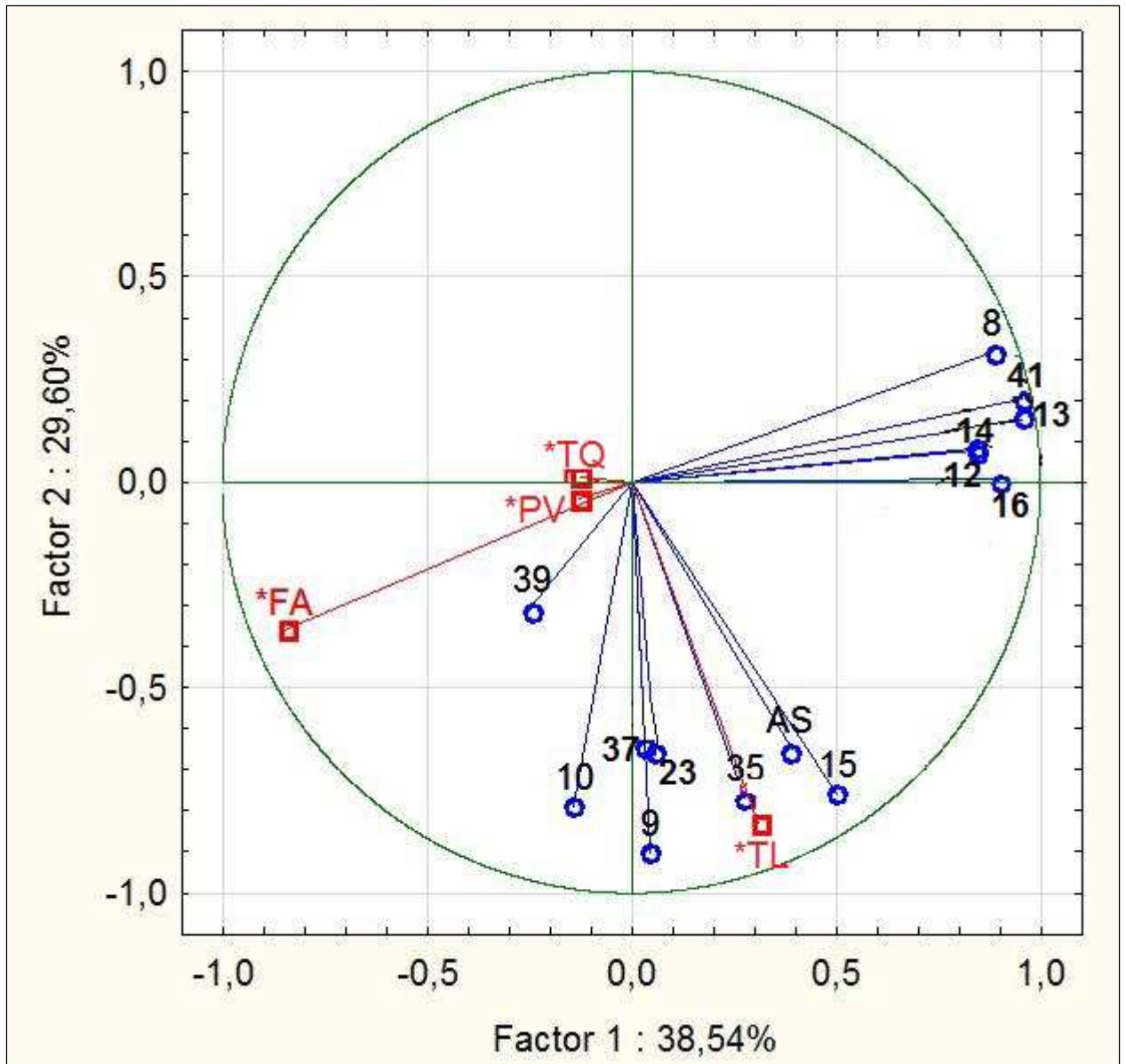


Figura 13 – Gráfico da ACP para influência das condições de processo sobre o teor de piridina (8), pirazina (9), 4-metiltiazol (10), 2,5-dimetilpirazina (12), 2,6-dimetilpirazina (13), 2,3-dimetilpirazina (14), 4,5-dimetiltiazol (15), 2-etil-3-metilpirazina (16), 2-furfuriltiol (23), 2-metoxifenol (35), 2-feniletanol (37), 4-etil-2-etoxifenol (39), 2-metoxi-4-vinilfenol (41) e AS (avaliação sensorial)

Ainda na ACP, a Figura 14 é complementar a Figura 13, representando a correlação dos ensaios com os fatores 1 e 2, onde os ensaios 1 e 3 sofrem forte influência inversa do fluxo de ar de processo para formação do sabor e aroma de cereal. Já os ensaios 3 e 2 sofrem forte e direta influência pela temperatura da seção do leito e o ensaio 8 sofre a mesma influência mas pela variável fluxo de ar de

processo. Os ensaios 6, 7, 9, 10 e 11 aparentemente não sofrem influência por que estão no quadrante onde não houve agrupamento de compostos voláteis ou da AS (Figura 13). Com relação aos ensaios 9, 10 e 11 é importante ressaltar que esses são o ponto central do planejamento para este trabalho, dessa maneira podemos observar que os ensaios estão muito próximos no quadrante indicando boa variabilidade de dispersão dos dados. Portanto, com essa informação e conhecimento do processo de aglomeração poderíamos considerar essas condições de processo utilizadas nos ensaios 9, 10 e 11 como as mais indicadas para evitar a formação do sabor e aroma de cereal no café solúvel aglomerado. Além disso, o ensaio 5 também será desconsiderado por que ele sofre pouca influencia do fluxo de ar de processo e está quase sobreposto ao eixo y.

Por fim, ressaltando observa-se no gráfico 13 que está variável correlaciona-se diretamente com a temperatura da seção do leito, onde na Figura 14 percebe-se que os ensaios que se correlacionam com a temperatura da seção do leito são 3 e 2. Dessa maneira, podemos correlacionar a AS com os ensaios 3 e 2 como representantes mais significativos para aroma e sabor de cereal em café solúvel aglomerado.

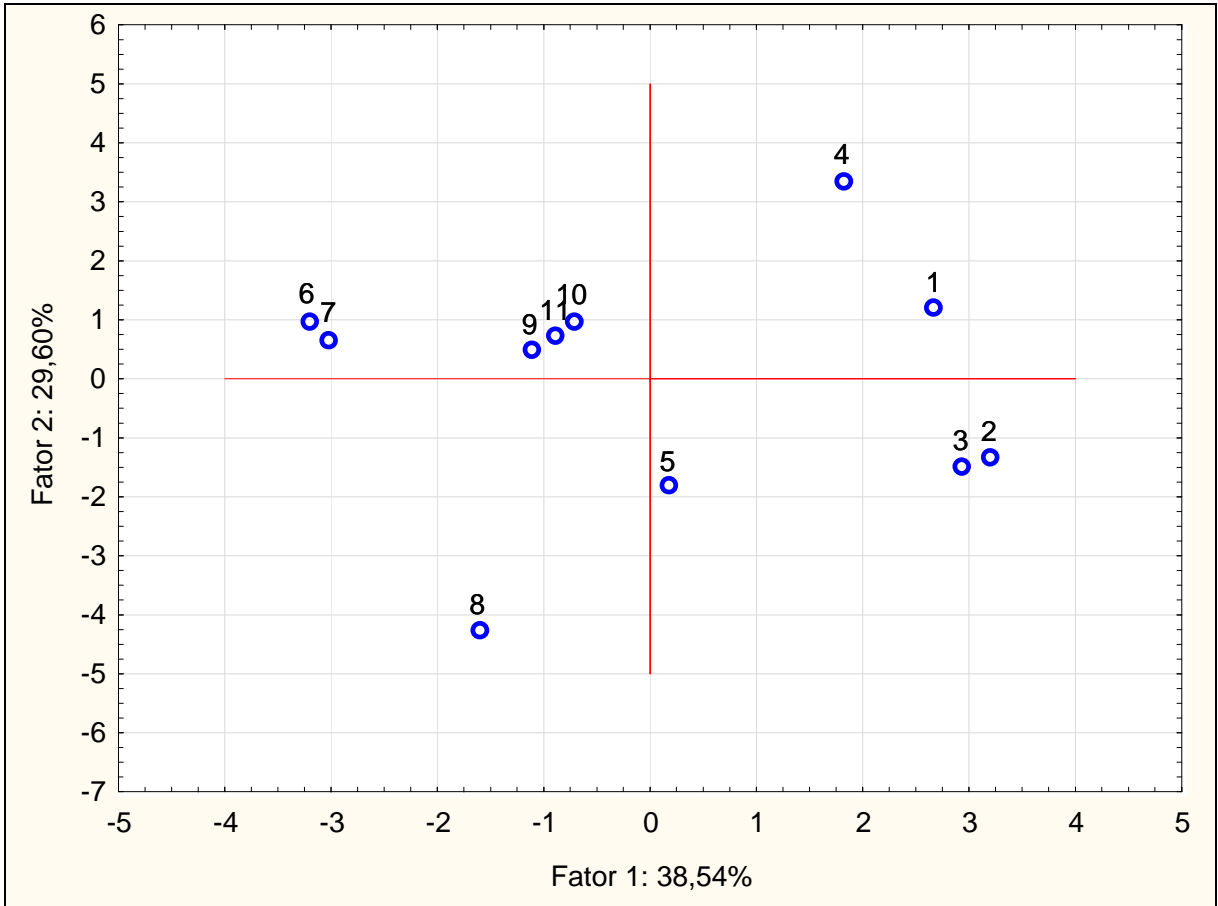


Figura 14 – Gráfico de ACP para influência das condições processo sobre os ensaios.

6 CONCLUSÃO

Foi possível observar que alguns compostos voláteis e a avaliação sensorial foram influenciados pelas condições de processo do aglomerador.

Inicialmente foram identificados 44 compostos voláteis, onde 41 desses foram quantificados. Após a interpretação dos gráficos de pareto, foi observado que 31 compostos voláteis foram influenciados pelas condições de processo. Desses, apenas 13 compostos têm indicação na literatura referente a sabor e aroma que lembra cereal.

Na Análise de Componentes Principais desses 13 compostos foi observado que as condições de processo relevantes foram o fluxo de ar de processo e a temperatura da seção do leito. Além disso, foi possível reduzir para 9 os compostos voláteis [piridina (8), 2-metoxi-4-vinilfenol (41), 2,3 dimetilpirazina (14), 2,5-dimetilpirazina (12), 2,6-dimetilpirazina (13), 4-metiltiazol (10), pirazina (9), 2-metoxifenol (35), 4,5-dimetiltiazol (15)] que podem agregar o sabor e aroma de cereal ao café solúvel aglomerado. Sobre os ensaios relevantes para a formação do sabor e aroma de cereal em café solúvel aglomerado foram identificados os ensaios 1, 2, 3, 4 e 8.

Para avaliação sensorial a variável correlacionada diretamente é a temperatura da seção do leito, os ensaios mais significativos são identificados como 2 e 3 e os compostos voláteis mais representativos para o sabor e aroma de cereal indicados pela ACP são pirazina (9), 2-metoxifenol (35) e 4,5-dimetiltiazol (15).

De maneira geral, as informações da ACP juntamente com o conhecimento do processo de aglomeração pode-se dizer que as condições de processamento utilizadas no ponto central são indicadas para evitar a formação do sabor e aroma de cereal, ou seja, $T = 215^{\circ}\text{C}$, $P = 1,2 \times 100 \text{ Pascal}$, $FA = 250 \text{ rpm}$ e $TL = 120^{\circ}\text{C}$.

Por fim, devido a inexistência de estudos sobre compostos voláteis e avaliação sensorial para sabor e aroma de cereal solúvel aglomerado, traz novas informações da composição química do café solúvel aglomerado.

REFERÊNCIAS

ABIC. Associação Brasileira da Indústria de Café. **Estatísticas**. Disponível em: <<http://www.abic.com.br/publique/cgi/cgilua.exe/sys/start.htm?sid=38>>. Acesso em: 20 set. 2012.

ABIC. Associação Brasileira da Indústria de Café. **Café e composição química**. Disponível em: <<http://www.abic.com.br/publique/cgi/cgilua.exe/sys/start.htm?inoid=161&sid=81>>. Acesso em: 01 nov. 2013.

_____. **Instrução normativa nº 8, de 11 de junho de 2003**. Disponível em: <http://www.abic.com.br/publique/media/CONS_leg_instnormativa08-03.pdf>. Acesso em: 27 abr. 2013.

ABICS. Associação Brasileira da Indústria de Café Solúvel. **Histórico**. Disponível em: <<http://www.abics.com.br>>. Acesso em: 20 set. 2012.

ABNT. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Análise sensorial dos alimentos e bebidas – Classificação – NBR – 12994**. São Paulo: ABNT, 1993.

AGRESTI, Pamela D. C.; FRANCA, Adriana S.; OLIVEIRA, Leandro S.; AUGUSTI, Rodinei. Discrimination between defective and non-defective Brazilian coffee beans by their volatile profile. **Food Chemistry**. v. 106, n. 2, p. 787-796, 2008.

AKIYAMA, Masayuki; MURAKAMI, Kazuya; OHTANI, Noboru; IWATSUKI, Keiji; SOTOYAMA, Kazuyoshi; WADA, Akira; TOKUNO, Katsuya; IWABUCHI, Hisakatsu; TANAKA, Kiyofumi. Analysis of volatile compounds released during the grinding of roasted coffee beans using solid-phase microextraction. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**. v. 51, n. 7, p. 1961-1969, 2003.

ALVES, Rosa M. V.; BORDIN, Mauricio R. Estimativa da vida útil de café solúvel por modelo matemático. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. v. 18, n.1, Campinas, p. 19-24, 1998.

ANVISA, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução - CNNPA nº 12, de 1978**. Disponível em: <http://www.anvisa.gov.br/legis/resol/12_78_cafe_cru>. Acesso em: 25 out. 2012.

ANVISA, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Portaria SVS/MS nº 326, de 1997**. Disponível em: <<http://www.anvisa.gov.br/alimentos/bpf.htm>>. Acesso em: 27 abr. 2013.

AREDES, A. F.; PEREIRA, M. W. G. Análise econômica da produção de café arábica: um estudo de caso com simulações de Montecarlo para sistemas de baixa e alta produtividade. **Informações Econômicas**. v. 28, n. 4, abr. 2008.

ARISSETO, A. P.; EDUARDO, V.; UENO, M. S.; TUFONI, S. A. V.; TOLEDO, M. C. F. Furan levels in coffee as influenced by species, roast degree, and brewing procedures. *Journal of Agricultural Food Chemistry*. v. 59, n. 7, p. 3118-3124, 2011.

ARRUDA, N. P.; HOWELL, A. M. C.; REZENDE, C. M.; FREITAS, S. P.; COURI, S.; BIZZO, H. R. Discriminação entre estádios de maturação e tipos de processamento de pós-colheita de cafés arábica por microextração em fase sólida e análise de componentes principais. **Química Nova**. v. 34, n. 5, p. 819-824, 2011.

BASSOLI, D. G. **Impactos aromáticos dos componentes voláteis do café solúvel**. 2006. 238f Tese (Doutorado) Programa de Pós-Graduação em Ciências de Alimentos, Universidade Estadual de Londrina. Londrina 2006.

BLANK, I.; SEN, A.; GROSCHE, W. **Aroma impact compounds of arabica and robusta coffee**: qualitative and quantitative investigations. In: Colloque Scientifique international Sur Le Café, 14, 1991, São Francisco. Association Scientifique Internationale du Café, 1992. p. 117-129.

BARROS, C. B. Validação de métodos analíticos. **Biológico**. São Paulo v. 64, n. 2, p. 175-177, 2002.

CAFEICULTURA. **Classificação botânica**: Disponível em: <<http://www.revistacafeicultura.com.br/index.php?mat=15311>>. Acesso em: 03 maio.2013.

CAMPANHA, F. G.; DIAS, R. C. E.; BENASSI, M. T. Discrimination of coffee species using kahweol and cafestol: effects of roasting and of defects. **Coffee Science**. v. 5, n. 1, p. 87-96, 2010.

CAPRIOLI, G.; CORTESE, M.; CRISTALLI, G.; MAGGI, F. ODELLO, L.; RICCIUTELLI, M. SAGRATINI, G.; SIROCCHI, V.; TOMASSONI, G.; VITTORI, S. Optimization of espresso machine parameters through the analysis of coffee odorants by HS-SPME–GC/MS. **Food Chemistry**. v. 135, n. 3, p. 1127-1133, 2012.

CARVALHO, A. M.; JUNQUEIRA, A. M. R.; VIEIRA, J. V.; BOTELHO, Raquel. Análise sensorial de genótipos de cenoura cultivados em sistema orgânico e convencional. **Horticultura Brasileira**. v. 23, n. 3, p. 805-809, 2005.

CARVALHO, L. M.; SILVA, E. A. M.; AZEVEDO, A. A.; MOSQUIM, P. R. CECON, P. R. Aspectos morfológicos das cultivares de cafeeiro catuaí-vermelho e conilon. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**. v. 36, n. 3, p. 411-416, 2001.

CHAVES, J. B. P.; SPROESSER, R.L. **Práticas de laboratório de análise sensorial de alimentos e bebidas**. 1 ed. Viçosa: Universidade Federal de Viçosa, 2006.

CHIARADIA, M. C.; COLLINS, C. H.; JARDIM, I. C. S. F. O estado da arte da cromatografia associada à espectrometria de massas acoplada à espectrometria de massas na análise de compostos tóxicos em alimentos. **Química Nova**. v. 31, n. 3, p. 623-636, 2008.

CLARKE, R. J. Water and mineral contents. In: CLARKE, R. J.; MACRAE, R. **Coffee: Chemistry**. London: Elsevier, 1985. v.1, p. 42-82.

_____. **Coffee**. v. 3. Londres: Elsevier Applied Science Publishers, 1985.

CLARKE, R. J.; VITZTHUM, O. G. **Coffe-Recent Developments**. Oxford: Blackwell Science. 2001.

CLIFFORD, M. N. **Chemical and physical aspects of green coffee and coffee products**. In: Coffee: botany, biochemistry and production of beans and beverage. London: M. Chapman and Hall, p. 305-374, 1985.

CHIN, S.T.; Eyres, G. T.; Marriott, P. J. Identification of potent odorants in wine and brewed coffee using gas chromatography-olfactometry and comprehensive two-dimensional gas chromatography. **Journal of Chromatography A**. v. 1218, n. 42, p. 7487-7497, 2011.

CONGRESSO DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE ECONOMIA, ADMISTIRAÇÃO E SOCIOLOGIA RURAL, XLVI, 2008, Rio Branco. **Anais Eletrônicos**. Rio Branco, 2008. Disponível em: <<http://www.sober.org.br>>. Acesso em: 11 nov. 2012.

COOXUPE, Disponível em: <<https://www.cooxupe.com.br/index.php/noticias/86-agronegocio/407-diferenca-de-precos-entre-os-cafes-arabica-e-robusta-cai-48.html>>. Acesso em: 25 out. 2012.

COUTO, A.G.; GONZALEZ ORTEGA, G., PETROVICK, P.R. Granulação: **Caderno de Farmácia**. v. 16, n. 1, p. 13-20, 2000.

CZERNY, M.; GROSCHE, W.; MAYER, F. Potent odorants of raw arabica coffee. Their changes during roasting. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**. v. 47, n. 3, p. 695-699, 1999.

DACANAL, G. C.; MENEGALI, F. C. **Selection of operational parameters for the production of instant soy protein isolate by pulsed fluid bed agglomeration**. v. 203, n. 3, p. 565-573, 2010.

DART, S.K.; NURSTEN, H. E. Volatile components. In: CLARKE, R. J.; MACRAE, R. **Coffee: chemistry**. London: Elsevier, 1985. v. 1, p. 223-265.

DE MARIA, Carlos A.B, MOREIRA, Ricardo F. A.; TRUGO, Luiz C. Compostos voláteis do café torrado. Parte I: compostos heterocíclicos. **Química Nova**. v. 22, n. 2, p. 209-217, 1999.

DE PENNA, E. W. Métodos sensoriales y sus aplicaciones. In: ALMEIDA, T. C. A. et al (Ed.). **Avanços em análise sensorial**. São Paulo: Livraria Varela, p. 13-22. 1999.

DIAZ-RUBO, M. E.; SAURA-CALIXTO, F. Dietary fiber in brewed coffee: **Journal of Agricultural na Food Chemistry**. v. 55, n. 5, p. 1999-2003, 2007.

EMBRAPA. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. **Café**. Disponível em: <<http://www.sapc.embrapa.br>>. Acesso em: 04 maio. 2013.

FENNEMA, O. R.; DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L. **Química de Alimentos de Fennema**, 4. ed. São Paulo: Artemed, 2010.

FLAMENT, I. **Coffee flavor chemistry**. New York: John&Sons, 2002.

FRANCA, A. S.; OLIVEIRA, L. S.; OLIVEIRA, R. C. S.; AGRETI, P. C. M.; AUGUSTI, R. A. Preliminary evaluation of the effect of processing temperature on coffee roasting degree assessment. **Journal of Food Engineering**. v. 92, n. 3, p. 345-352, 2009.

FRANCA, A. S.; MENDONÇA, J. C. F.; OLIVEIRA, S. D. Composition of green and roasted coffees of different cup qualities: **Food and Science and Technology**. v. 38, n. 7, p. 709-715, 2005.

FRANCO, Maria R. B. **Aroma e sabor de alimentos: Temas atuais**. São Paulo: Varela editora e livraria, 2004.

FRANCO, M. R.B; JANZANTTI, N. S. Avanços na metodologia instrumental da pesquisa do sabor. In: FRANCO, M. R. B. (Ed.). **Aroma e sabor de alimentos: Temas Atuais**. São Paulo: Editora Varela, Cap. 1, p. 17-27, 2004.

GARRUTI, D. S. **Composição de voláteis e qualidade de aroma do vinho de caju**. 2001. 218p. Tese (Doutorado) Programa de Pós-graduação em Ciências de Alimentos. Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2001.

GAZIM, Z. C.; REZENDE, C. M.; FRAGA, S. R.; FILHO, B. P. D.; NAKAMURA, C. V.; CORTEZ, Diógenes A. G. Analysis of the essential oils from *Calendula officinalis* growing in Brazil using three different extraction procedures. *Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas*. Brazilian. **Journal of Pharmaceutical Sciences**. v. 44, n. 3, 2008.

GIANELLI, M. P.; SALAZAR, V.; MOJICA, L.; FRIZ, M. Volatile compounds present in traditional meat products (charqui and longaniza sausage) in Chile. *Brazilian Archives of Biology and Technology*. v. 55, n. 4, p. 603-612, 2012.

GROSCH, W. Chemistry III: Volatile compounds. In: Clarke, R.J.; Vitzthum, O. G. **Coffee: recent developments**. Oxford: Blackwell Science Ltd, p. 68-85, 2001.

HASHIM, L.; CHAVERON H. Use of metylpyrazine ratios to monitor the coffee roasting: **Food Research International**. v. 28, n. 26, p. 619-623, 1996.

HO, C. T.; HWANG, H. I.; YU, T. H.; ZHANG, J. An overview of the Maillard reactions related to aroma generation in coffee. In: **Colloque Scientifique international Sur Le Café**, 15, 1993, Montpellier. Anais, Montpellier: Association Scientifique International du Café, 1994. v. 2, p. 519-527.

HOGKAMP, S.; SCHUBERT, H.; WOLF, S. Steam jet agglomeration of water soluble material: **Powder Technology**, v.86, n. 1, p.49-57, 1996.

HOGKAMP, S. Steam jet agglomeration - Part 1: production of redispersible agglomerates by steam jet agglomeration. **Chemical Engineering Technology**. v.21, n.5, p.421-424, 1999.

HWANG, H. I.; HARTMAN, T. G.; HO C. T. Relative reactivities of amino acids in the formation of pyridines, pyrroles, and oxazoles: **Journal of Agricultural e Food Chemistry**. v. 43, n. 11, p. 2917-2921, 1995.

IAPAR, Instituto de Agronomia do Paraná. **Comparação entre a qualidade do alimento orgânico e convencional**. Disponível em: <http://www.iapar.br/arquivos/File/zip_pdf/OrgConvenc.pdf>. Acesso em: 27 mar. 2013.

IVESON, S. M.; LITSTER, J. D.; HAPGOOD, K.; ENNIS B. J. Nucleation, growth and breakage phenomena in agitated wet granulation processes: a review. **Powder Technology**. v. 117, n. 1-2, p. 444-452, 2001.

IGUACU. Café Iguazu. **Processo de produção de café solúvel**. Disponível em: <<http://www.iguacu.com.br/>>. Acesso em: 01 out. 2013.

JAZANTTI, N. S.; FRANCO, M. R. B.; WOSIACKI, G. Efeito do processamento na composição de voláteis de suco clarificado de maçã fuji. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. v. 23, n. 3, p. 523-528, 2003.

JURAN, J. M.; GRANA, F. M. **Controle da qualidade Handbook**. 4 ed. São Paulo: Makron Books, 1992.

LAGO, R. C. A. Lipídios em grãos. **Boletim do Ceppa**. Curitiba, v.19, n.2, p. 319-340, 2001.

LANÇAS, F. M. **Cromatografia em fase gasosa**. São Carlos, Acta, 1993.

LAWLESS, H.T.; HEYMANN, H. **Sensory evaluation of food: principles and practices**. New York: Chapman & Hall, 819 p., 1998.

KIM, T. H.; LEE, S. M.; KIM, Y. S.; KIM, K. H.; OH, S.; LEE, H. J. Aroma dilution method using GC injector split ratio for volatile compounds extracted by headspace solid phase microextraction. **Food Chemistry**. v. 83, n. 1, p. 151-158, 2003.

KIM, K. J. NAM, M. W. SPME Technology and its application in the coffee industry. In: COLLOQUE SCIENTIFIQUE INTERNATIONAL SUR LE CAFÉ, 20, 2003, Bangalore. **Anais**, Montpellier: Association Scientifique International du Café, 2004. v. 2, p. 261-266.

KNIGHT, P. C. Structuring agglomerated products for improved performance: **Powder Technology**. v. 119, n. 1, p. 14-25, 2001.

KREPPENHOFER, S.; FRANK O.; HOFMANN, T. Identification of (furan-2-yl) methylated benzene diols and triols as a novel class of bitter compounds in roasted coffee: **Food Chemistry**. v. 126, n. 2, p. 441-449, 2011.

MAPA. Ministério da Agricultura. **Estatística**. Disponível em: <<http://www.agricultura.gov.br/vegetal/estatisticas>>. Acesso em: 18 jul. 2012.

_____. **Qualidade em alimentos**. Disponível em: <<http://www.agricultura.gov.br/vegetal/qualidade-seguranca-alimentos-bebidas/alimentos>>. Acesso em: 27 abr. 2013.

MALTA, M. R.; NOGUEIRA, F. D.; GUIMARÃES, P. T. G. Composição química, produção e qualidade do café fertilizado com diferentes fontes e doses de nitrogênio: **Ciências Agrotécnicas**. v. 27, n. 6, p.1246-1252, nov./dez., 2003.

MARTENDAL, Edmar. **Aplicação de planejamento fatorial fracionário e boxbehnken para otimização de extração com microgota para determinação de tricloroanisol e tribromoanisol de amostras de vinho por cromatografia a gás.** 2007. 44 f. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós Graduação em Química. Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2007.

MARTINS, P.C.; KIECKBUSCH, T. G. Influence of a lipid phase on steam jet agglomeration of maltodextrin powders: **Podwers Technology**. v. 185, n. 3, p. 258-266, 2008.

MATIELO, J. B. **O café: do cultivo ao consumo.** São Paulo: Globo, 1991.

MATOS, A. T.; CABANELLAS, C. F. G.; SILVA, J. S. MACHADO, M. C. Qualidade de bebida de grãos de café processados com água sob recirculação e tratamento físico-químico: **Engenharia na Agricultura**. v. 14, n. 3, p. 141-147, 2006.

MEILGAARD, M. CIVILLE, G.V. CARR, B.T. **Sensory evaluation techniques.** 3 ed. 1998.

MENDES, L. C. **Otimização do processo de torrefação do café robusta (*Coffea conephora* conilon) para formulação de blends com café arábica (*Coffea arábica*).** 1999. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós Graduação em Tecnologia de Alimentos. Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 1999.

MORAIS, C. F.; FERREIRA, J. R.; BALESTRASSI, P. P. Análise crítica da aplicação de métodos estatísticos em processos definidos por dados que não apresentam distribuição normal: **Gepros**. v. 00, n. 2, p. 7-18, 2006.

MOREIRA, R. A. F.; TRUGO, L. C.; DE MARIA, C. A. B. Componentes voláteis do café torrado: Parte II. Compostos alifáticos, alicíclicos e aromáticos. **Química Nova**. v. 23, n. 2, p.195-203, 2000.

MONROY, G. M. E. R. **Caracterización del aroma del café molido de Puerto Rico mediante la técnica de microextracción en fase sólida, (SPME) y cromatografía de gas acoplada a espectrometría de masas (GC/MS).** 2005. Dissertação (Mestrado) Programa de Pós Graduação em Tecnologia de Alimentos. Universidade de Puerto Rico. Puerto Rico, 2005.

MONTGOMERY, D. C. **Introdução ao controle estatístico da qualidade**. 4 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2009.

MOON, J-K; SHIBAMOTO, T. Role of roasting conditions in the profile of volatile flavorchemicals formed from coffee beans. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**. v. 57, n. 13, p. 5823-5831, 2009.

MOURA, S. C. S. R.; GERMER, S. P.; ANJOS V. D. A.; MORI, E. E. M.; MOTOSO, L. H. C.; FIRMINO, A.; NASCIMENTO, C. J. F. Evaluation of the physical, chemical and sensory characteristics of arabica and canephora (robusta) coffee blends. Brazilian. **Journal of Food Technology**. v. 10, n. 4, p. 271-277, 2007.

MOSKOWITZ, H. R. **Product testing and sensory evolution of foods – Marketing and R&D Approaches**: Westport. Food and Nutrition Press, Inc. 605p., 1983.

MURRAY, J. M.; DELAHUNTY, C. M.; BAXTER, I. A. Descriptive sensory analysis: past, present and future. **Food Research Internacional**. v. 34, n. 6, p. 461-471, 2001.

NASCIMENTO, E. A.; MORAIS, S. A. L.; ROCHA, R. S. Constituintes voláteis de cafés “gourmet” e mole do cerrado do triângulo mineiro em função da torra. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. v. 23, n. 2, p. 282 a 284, 2003.

NETO, J. M. M.; MOITA, G. C. Uma introdução à análise exploratória de dados multivariados: **Química Nova**. v. 21, n. 4, p. 467-469, 1998.

NOBREGA, I. C. C. Análise dos compostos voláteis da aguardente de cana por concentração dinâmica do “headspace” e cromatografia gasosa-espectrometria de massas. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. v. 23, n. 2, p. 210-216, 2003.

NOBRES, G. W.; BORÉM, F. M.; ISQUIERDO, E. P.; PEREIRA, R. G. F. A.; OLIVEIRA, P. D. Composição química de frutos imaturos de café arábicos (coffea arabica L.) processados por via seca e via úmida. **Coffee Science**. v. 6, n. 2, p. 107-113, 2011.

OLIVEIRA, E. A.; BORGES, S. V.; FURATADO, A. A. L.; MODESTA, R. C. D.; GODOY, R.O. Heat processing (htst) of umbu (*spondias tuberosa* arruda câmara) pulp. **Ciência Tecnologia de Alimentos**. v. 34, n. 4, p. 923-928, 2011.

OLIVEIRA, M.; CASAL, S.; MORAIS, S.; ALVES, C.; DIAS, F.; RAMOS, S.; MENDES, E.; MATOS, Cristina D.; Oliveira, Maria B. P. P. Intra- and interspecific mineral composition variability of commercial instant coffees and coffee substitutes: contribution to mineral intake. **Food Chemistry**. v. 130, n. 3, p. 702-709, 2012.

OOSTERVELD, A.; VORAGEN, A. G. J.; SCHOLS, H. A. Effect of roasting on the carbohydrate composition of Coffea arabica beans. **Carbohydrate Polymers**. v. 54, n. 2, p. 183-192, 2003.

PASCHOAL, J. A. R.; RATH, S.; AIROLDI, F. P. S.; REYES, F. G. R. Validação de métodos cromatográficos para a determinação de resíduos de medicamentos veterinários em alimentos. **Química Nova**. v. 31, n. 5, p. 1190-1198, 2008.

PATHARE, P. B.; BAS, N.; BYRNE, E. P. Comparison of quality parameters of granola produced by wet granulation with commercially available product. **Food and Bioproducts Processing**. v. 90, n. 4, p. 729-736, 2012.

PATHARE, P. B.; BAS, N.; FITZPATRICK, J. J.; CRONIN, K.; BYRNE, E. P. Production of granola breakfast cereal by fluidized bed granulation. **Food and Bioproducts Processing**. v. 90, n. 3, p. 549-554, 2011.

PEÑA, L. M. R. **Estudo Da Instantaneização de Misturas Contendo Cacau em Pó Por Aglomeração Com Jato De Vapor**. 2003. 282f. Tese (Doutorado). Universidade Estadual de Campinas. Campinas, 2003.

PETISTA, C.; PÉREZ-PALACIOS, T.; FARAH, A.; PINHO, O.; FERREIRA, I. M. P. L. V. O. Furanos and other volatile compounds in ground roasted and espresso coffee using headspace solid-phase microextraction: effect of roasting speed. **Food and Bioproducts Processing**. v. 91, n. 3, p. 233-241, 2012.

PIGGOTT, J. R. Design questions in sensory and consumer science. **Food Quality and Preference**. v. 21, n. 26, p. 611-620, 2010.

PORTAL ACTION. Disponível em: <<http://www.portalaction.com.br/601-modelo-normal-com-transforma%C3%A7%C3%A3o-de-box-cox>>. Acesso: 25 ago. 2013.

REDGWELL, R.; FISCHER, M. Coffee carbohydrates. Brazilian. **Journal of Plant Physiology**. v. 18, n. 1, p. 165-174, 2006.

REID, W. J. **Instrumental methods in detecting taint and off-flavours in food**. In: Taints and off-flavours in food. Brian Baingrie. Boca Raton: Boston: New York: Washington, 2003, cap. 3, p. 1-33.

RESENDE, O.; JUNIOR, P. C. J.; CORREA, P. C. e SIQUEIRA, V. C. Qualidade do café conilon submetido à secagem em terreno híbrido e de concreto: **Ciência Agrotécnica**. v. 35, n.2, p. 327-335, 2011.

RIBANI, M.; BOTTOLI, C. B. G.; COLLINS, C. H.; JARDIM, I. C. S. F.; MELO, L. F. C. Validação em métodos cromatográficos e eletroforéticos. **Química Nova**. v. 27, n. 5, 2004.

RIBEIRO, F. A. L.; FERREIRA, M. M. C.; MORANO, S. C.; SILVA, L. R.; SCHENEIDER, R. P. Planilha de validação: uma nova ferramenta para estimar figuras de mérito na validação de métodos analíticos univariados. **Química Nova**. v. 31, n. 1, p. 164-171, 2008.

RIBEIRO, J. S.; TEÓFILO, R. F.; AUGUSTO, F. FERREIRA. Simultaneous optimization of the microextraction of coffee volatiles using response surface methodology and principal component analysis. **Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems**. v. 102, n. 1, p. 45-56.

RIBEIRO, J. S.; AUGUSTO, F.; FERREIRA, M. M. C. SALVA, T. J. G. Uso de perfis cromatográficos de voláteis de cafés arábicas torrados para a diferenciação das amostras segundo o sabor, o aroma e a qualidade global da bebida. **Química Nova**. São Paulo, v. 33, n. 9, p. 1897-1904, 2010.

RODRIGUES, M. I.; IEMMA, A. F. **Planejamento experimentos e otimização de processos**. 2 ed. Campinas: Casa do Espírito Amigo Fraternidade Fé e Amor, 2009.

SABICK, H.; FORTIN, J.; MARTIN, N. Identification of pyrazine derivatives in a typical maple syrup using headspace solid-phase microextraction with gas chromatography–mass spectrometry: **Food Chemistry**. v. 133, n. 3, p. 1006-1010, 2012.

SAAD, M. M.; BARKAUTI, A.; RONDET, E.; RUIZ, T. CUP, B. Study of agglomeration mechanisms of food powders: Application to durum wheat semolina. **Powder Technology**. v. 208, n. 2, p. 399-408, 2011.

SCHENKER, S.; HEINEMANN C.; HUBER, M.; POMPIZZI, R.; PERREN, R. ESCHER, F. Impact of roasting conditions on the formation of aroma compounds in coffee beans. **Food Engineering and Physical Properties**. v. 67, n. 1, p. 60-67, 2002.

SCHOLZ, M. B. S; PRETE, C. E. C.; CRUDI, E; MAGRI, T. B. **Composição química de variedade de café arábica** (Coffea arábica). In: Simpósio de Pesquisa dos Cafés do Brasil, Brasília. Embrapa Café, 2000. p. 673-676.

SCHUBERT, H. Instantization of powdered food products. **International Chemical Engineering**.v.33, n.1, p.27-45, 1993.

SCHÖDER, I.; STERN, G.; HOJABR-KALALI, B.; SCHILIEKELMANN, K.; MAIER, H. G. Volatile minor acids in coffee II. Detection of steam treatment. **Deutsche Lebensmittel-Rundschau**.v. 93, n. 7, p. 216-216, 1997.

SEBRAE. Serviço Brasileiro de Apoio as Micros e Pequenas Empresas. **Controle de qualidade de alimentos e saúde pública**. Disponível em: <[http://www.biblioteca.sebrae.com.br/bds/BDS.nsf/d4ea53771568fd0603256fb6005ead6f/\\$File/NT000A4AB2.pdf](http://www.biblioteca.sebrae.com.br/bds/BDS.nsf/d4ea53771568fd0603256fb6005ead6f/$File/NT000A4AB2.pdf)>. Acesso em: 27 mar. 2013.

SEMMELOCH, P.; GROSCH, W. Studies on character impact odorants of coffee brews. **Journal of Agricultural Food Chemistry**, v. 44, n. 2, p. 537-543, 1996.

SIMÕES, J.; NUNES, F. M.; DOMINGUES, M. R., COIMBRA, M. A. Extractability and structure of spent coffee ground polysaccharides by roasting pre-treatments: **Carbohydrate Polymers**. v. 97, n. 1, p. 81-89, 2013.

SIMPÓSIO DE PESQUISA DOS CAFÉS DO BRASIL, II, 2001, Vitória. Anais Eletrônicos: **Obtenção de ciclos de torração de cafés brasileiros para guia pratico de torrefações nacionais – Parte I**. Disponível em: <<http://www.sapc.embrapa.br/index.php/ii-simposio-de-pesquisa-dos-cafes-do-brasil>>. Acesso em: 05 maio.2013.

SHIMODA, M.; SHIBAMOTO, T. Isolation and identification of headspace volatiles from brewed coffee with an on-column GC/MS method: **Journal of Agricultural Food Chemistry**, v. 38, n. 3, p. 802-804, 1990.

SMITH, A. W. Introduction. In: CLARKE, R. J.; MACRAE, R. **Coffee**: Chemistry. London: Elsevier, 1985a. v.1, p. 1-41.

SOARES, S. F.; MORELI, A. D.; DONZELES, S. M. L.; PREZOTTI, L. C.; ROCHA, A. C. Comunicado Técnico: efeitos da água residuária do café em plantas e no substrato de cultivo de aveia, milho e alface. **Embrapa**. v. 01, p. 1-2, 2010.

SOUZA, V. F.; MODESTA, R. C. D.; GONÇALVES, E. B.; FERREIRA, J. C. S.; MATTOS P. B. Influência dos fatores demográficos e geográfico na preferência da bebida de café no estado do Rio de Janeiro. **Brazilian Journal of Food and Technology**. v. 7. n. 1. p. 1-7. Jan/jun, 2004.

STATSOFT, Inc. **Statistica for windows**. Tulsa, OK: StatSoft, Inc., 2010, version 10.0, CDROM, Windows System.

STONE, H.; SIDEL, J. L.; OLIVER, S.; WOOLSEY, A.; SINGLETON, R.C. Sensory evaluation by quantitative descriptive analysis. **Food Technology**. v.28, n. 1, p 24-34, 1974.

STONE, H.; SIDEL, J. L. **Sensory evaluation practices**. 2 ed. London: Academic Press, New York, NY. 1993. 336p.

_____. **Sensory evaluation practices**. 3 ed. London: Academic Press, New York, NY. 2004. 408p.

TAKEITI, C. Y; KEICKBUSCH T.G.; COLLARES-QUEIROZ F.P. Optimization of the jet steam instantizing process of commercial maltodextrin powders. **Journal of Food Engineering**. v. 86, n. 3, p. 444-452, 2008.

VAN DER STEGEN, G.; VAN DUIJN, J. Analysis of normal organic acids in coffee. In: Colloque Scientifique International Sur Le Café, 12, 1987, Montreux. **Anais.** Montreux: Association Scientifique International du Café, 1988. P. 347- 354.

VIEGAS, M. C.; BASSOLI, D. G. Utilização do índice de retenção linear para caracterização de compostos voláteis em café solúvel utilizando GC-MS e coluna HP-Innowax. **Química Nova.** vol. 30, n. 8, p. 1-7, 2007.

VISSOTO, F. Z., MONTENEGRO, F. M., SANTOS, J. M., OLIVEIRA, S. J. R. Avaliação da influência dos processos de lecitinação e de aglomeração nas propriedades físicas de achocolatado em pó. **Centro de Tecnologia de Alimentos.** v. 26, n. 3, p. 666-671, 2006.

VISSOTO, F. Z., JORGE, L. C., MAKITA, G. T., RODRIGUES M. I., MENEGALLI, F. C. Influence of the process parameters and sugar granulometry on cocoa beverage powder steam agglomeration. **Journal of Food Engineering.** v. 97, n. 3, p. 283-291, 2009.

WILKES, J. G.; CONTE, E. D., KIM, Y.; HOLCOMB, M.; SUTHERLAND, J. B.; MILLER, D. W. Sample preparation for the analyses of and off-flavors in foods. **Journal of Chromatography.** A.v. 880, n. 1-2, p. 3-33, 2000.

YAN, H.; BARBOSA-CÁNOVAS, G. V. Compression characteristics of agglomerated food powders: Effect of agglomerate size and water activity. **Food Science and Technology.** v. 3. n. 3, p. 351-359, 1997.

ANEXOS

ANEXO 1

UNIVERSIDADE
TECNOLÓGICA FEDERAL DO**PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP****DADOS DO PROJETO DE PESQUISA****Título da Pesquisa:** INFLUENCIA DOS PARÂMETROS DE PROCESSO NA FORMAÇÃO DO AROMA E SABOR INDESEJADO DE CEREAL EM CAFÉ SOLÚVEL AGLOMERADO**Pesquisador:** Elenir Lila Leobet**Área Temática:****Versão:** 2**CAAE:** 12597513.0.0000.5547**Instituição Proponente:** UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANA**Patrocinador Principal:** CIA. IGUACU DE CAFE SOLUVEL**DADOS DO PARECER****Número do Parecer:** 325.715**Data da Relatoria:** 04/07/2013**Apresentação do Projeto:**

O café é principalmente caracterizado pelo seu impacto aromático que proporciona aos seus consumidores. Por isso a composição dos voláteis responsáveis pelo perfil aromático do café tem sido objeto de estudo de vários grupos de pesquisadores, onde se tem identificado mais de 850 compostos. Um dos grandes desafios, é manter esses compostos aromáticos durante o processo de produção de café solúvel aglomerado. Durante as atividades, de produção desse produto na indústria foi percebido sensorialmente alterações no sabor e aroma, os quais levam a recusa do produto por sabor e aroma indesejado de cereal. Assim, este trabalho foi organizado para variar condições do processo de aglomeração e verificar qual o impacto disso na avaliação sensorial.

Objetivo da Pesquisa:**Objetivo Primário:**

Este projeto tem como objetivo principal, identificar como as condições de processo influenciam na formação do aroma e sabor indesejado de cereal no café solúvel aglomerado.

Objetivo Secundário:

Variando as condições do processo de aglomeração, que consistem na temperatura do queimador, pressão de vapor, temperatura do leite e a rotação do ar de processo, pretende-se: i) Utilizar a avaliação sensorial para identificar aroma e

Endereço: SETE DE SETEMBRO 3165**Bairro:** CENTRO**CEP:** 80.230-901**UF:** PR**Município:** CURITIBA**Telefone:** (41)3310-4943**E-mail:** coep@utfpr.edu.br

Continuação do Parecer: 325.715

sabor de cereal. ii) Identificar e quantificar os compostos voláteis do café aglomerado utilizando a cromatografia gasosa, acoplada à espectrometria de massas. iii) Aplicar o planejamento experimental para verificar quais condições de processo colaboram para formação do aroma e sabor indesejado de cereal. iv) Propor novas condições de processo para prevenir aparecimento de aroma e sabor indesejados no cereal.

Avaliação dos Riscos e Benefícios:**Riscos:**

O trabalho será desenvolvido na empresa com interesse de resolver um problema interno de processamento de Café Solúvel Aglomerado. Dessa, forma a equipe de sensorial da empresa foi indicada pela diretoria industrial para participar da avaliação sensorial das amostras produzidas. Durante a reunião onde será entregue o convite aos provadores e será deixado claro que a participação em projetos é importante mas não é obrigatória.

Assim, o provador terá a liberdade de esclarecer dúvidas e também de solicitar a saída do projeto quando preferir. Durante a produção das amostras variando as condições de processo pode ocorrer a potencialização do sabor e aroma de cereal, onde os provadores estarão percebendo com maior intensidade esse sabor e aroma indesejado. Por outro, lado pode não aparecer o problema sendo necessário refazer todo o planejamento do projeto. Além disso, pode ocorrer que o provador tenha algum desconforto após a degustação da amostra em função da variação de temperatura, sabor ou aroma forte de café ou cereal, tendo o provador o direito de desistir da pesquisa em qualquer etapa.

Benefícios:

O trabalho contribuirá em vários quesitos, como por exemplo, melhor entendimento de como as condições de processamento interferem no sabor e aroma de cereal no café aglomerado, evitar o retrabalho dos produtos, incrementar a competência dos julgadores com a implementação da qualidade sensorial referente a esse atributo e a contribuição e participação do painel sensorial para esclarecer o problema de sabor e aroma fortes de cereal em café solúvel aglomerado. Além disso, o café aglomerado que será oferecido aos consumidores pela Café Iguaçu terá maior aceitabilidade, em função do acréscimo desse controle sensorial.

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

Pesquisa de caráter relevante e aponta parceria com empresa, o que denota a interação da Universidade com a comunidade externa.

Endereço: SETE DE SETEMBRO 3165**Bairro:** CENTRO**CEP:** 80.230-901**UF:** PR**Município:** CURITIBA**Telefone:** (41)3310-4943**E-mail:** coep@utfpr.edu.br

UNIVERSIDADE
TECNOLÓGICA FEDERAL DO



Continuação do Parecer: 325.715

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

A pesquisadora apresentou os Termos obrigatórios como a Folha de Rosto, o TCLE, a autorização da empresa, bem como o projeto de pesquisa, a ficha de avaliação sensorial, e o convite aos julgadores

Recomendações:

Sem recomendações.

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

A pesquisadora atendeu à todas as solicitações deste CEP.

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

Considerações Finais a critério do CEP:

Lembramos aos senhores pesquisadores que, no cumprimento da Resolução 196/96, o Comitê de Ética em Pesquisa (CEP) deverá receber relatórios anuais sobre o andamento do estudo, bem como a qualquer tempo e a critério do pesquisador nos casos de relevância, além do envio dos relatos de eventos adversos, para conhecimento deste Comitê. Salientamos ainda, a necessidade de relatório completo ao final do estudo.

Eventuais modificações ou emendas ao protocolo devem ser apresentadas ao CEP-UTFPR de forma clara e sucinta, identificando a parte do protocolo a ser modificado e as suas justificativas

CURITIBA, 04 de Julho de 2013

Assinador por:
Thomaz Aurélio Pagioro
(Coordenador)

Endereço: SETE DE SETEMBRO 3165

Bairro: CENTRO

CEP: 80.230-901

UF: PR

Município: CURITIBA

Telefone: (41)3310-4943

E-mail: coep@utfpr.edu.br

ANEXO 2

Ficha de Avaliação ou Nota (cm) – Atributo Aroma e Sabor de Cereal	
Data: ____/____/____.	
Nome: _____	
Por gentileza, provar as amostras de café, da esquerda para a direita, indicando nas escalas abaixo a intensidade do aroma e sabor de cereal .	
Ensaio: _____	
_____ _____	_____ _____
Fraco	Forte
Comentários: _____	

(Escala: resposta em cm)	

ANEXO 3

(Continua)

Ordem Padrão	Ordem de Corridas	Ponto central	Blocos	TQ	PV	FA	TL	Reposta sensorial (cm)	Transformação (ln)
1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	0,8	-0,22314
2	2	1	1	1	-1	-1	1	0,8	-0,22314
3	3	1	1	-1	1	-1	1	1	0
4	4	1	1	1	1	-1	-1	0,6	-0,51083
5	5	1	1	-1	-1	1	1	1,2	0,18232
6	6	1	1	1	-1	1	-1	0,7	-0,35667
7	7	1	1	-1	1	1	-1	0,8	-0,22314
8	8	1	1	1	1	1	1	1,1	0,09531
9	9	1	1	-1	-1	-1	-1	2,2	0,78846
10	10	1	1	1	-1	-1	1	1,4	0,33647
11	11	1	1	-1	1	-1	1	1,5	0,40547
12	12	1	1	1	1	-1	-1	0,8	-0,22314
13	13	1	1	-1	-1	1	1	1,9	0,64185
14	14	1	1	1	-1	1	-1	0,5	-0,69315
15	15	1	1	-1	1	1	-1	1,2	0,18232
16	16	1	1	1	1	1	1	0,7	-0,35667
17	17	1	1	-1	-1	-1	-1	2,1	0,74194
18	18	1	1	1	-1	-1	1	1,3	0,26236
19	19	1	1	-1	1	-1	1	2,2	0,78846
20	20	1	1	1	1	-1	-1	0,8	-0,22314
21	21	1	1	-1	-1	1	1	1	0
22	22	1	1	1	-1	1	-1	1,2	0,18232
23	23	1	1	-1	1	1	-1	0,9	-0,10536
24	24	1	1	1	1	1	1	0,9	-0,10536
25	25	1	1	-1	-1	-1	-1	1,3	0,26236
26	26	1	1	1	-1	-1	1	1	0
27	27	1	1	-1	1	-1	1	3,4	1,22378
28	28	1	1	1	1	-1	-1	0,8	-0,22314
29	29	1	1	-1	-1	1	1	0,5	-0,69315
30	30	1	1	1	-1	1	-1	0,7	-0,35667
31	31	1	1	-1	1	1	-1	1	0
32	32	1	1	1	1	1	1	2,1	0,74194
33	33	1	1	-1	-1	-1	-1	0	0
34	34	1	1	1	-1	-1	1	0,7	-0,35667
35	35	1	1	-1	1	-1	1	1,5	0,40547
36	36	1	1	1	1	-1	-1	1,3	0,26236
37	37	1	1	-1	-1	1	1	0,7	-0,35667
38	38	1	1	1	-1	1	-1	0,6	-0,51083
39	39	1	1	-1	1	1	-1	1	0
40	40	1	1	1	1	1	1	1,9	0,64185
41	41	1	1	-1	-1	-1	-1	2,2	0,78846
42	42	1	1	1	-1	-1	1	1,9	0,64185

(Conclusão)

Ordem Padrão	Ordem de Corridas	Ponto central	Blocos	TQ	PV	FA	TL	Reposta sensorial (cm)	Transformação (ln)
43	43	1	1	-1	1	-1	1	2	0,69315
44	44	1	1	1	1	-1	-1	1	0
45	45	1	1	-1	-1	1	1	0,9	-0,10536
46	46	1	1	1	-1	1	-1	1	0
47	47	1	1	-1	1	1	-1	0,7	-0,35667
48	48	1	1	1	1	1	1	0,9	-0,10536
49	49	1	1	-1	-1	-1	-1	1,4	0,33647
50	50	1	1	1	-1	-1	1	0,7	-0,35667
51	51	1	1	-1	1	-1	1	1,9	0,64185
52	52	1	1	1	1	-1	-1	1,7	0,53063
53	53	1	1	-1	-1	1	1	1,5	0,40547
54	54	1	1	1	-1	1	-1	0,8	-0,22314
55	55	1	1	-1	1	1	-1	1,8	0,58779
56	56	1	1	1	1	1	1	1,7	0,53063
57	57	1	1	-1	-1	-1	-1	1,6	0,47
58	58	1	1	1	-1	-1	1	1,2	0,18232
59	59	1	1	-1	1	-1	1	2,3	0,83291
60	60	1	1	1	1	-1	-1	1,9	0,64185
61	61	1	1	-1	-1	1	1	4,2	1,43508
62	62	1	1	1	-1	1	-1	1,3	0,26236
63	63	1	1	-1	1	1	-1	1,3	0,26236
64	64	1	1	1	1	1	1	4,9	1,58924
65	65	0	1	0	0	0	0	1,5	0,40547
66	66	0	1	0	0	0	0	0,6	-0,51083
67	67	0	1	0	0	0	0	0,7	-0,35667
68	68	0	1	0	0	0	0	1,2	0,18232
69	69	0	1	0	0	0	0	0,8	-0,22314
70	70	0	1	0	0	0	0	1,5	0,40547
71	71	0	1	0	0	0	0	1,6	0,47
72	72	0	1	0	0	0	0	0,5	-0,69315
73	73	0	1	0	0	0	0	1,3	0,26236
74	74	0	1	0	0	0	0	1	0
75	75	0	1	0	0	0	0	2,7	0,99325
76	76	0	1	0	0	0	0	1,2	0,18232
77	77	0	1	0	0	0	0	1,2	0,18232
78	78	0	1	0	0	0	0	0,8	-0,22314
79	79	0	1	0	0	0	0	1,1	0,09531
80	80	0	1	0	0	0	0	1,2	0,18232
81	81	0	1	0	0	0	0	1	0
82	82	0	1	0	0	0	0	1,6	0,47
83	83	0	1	0	0	0	0	0,9	-0,10536
84	84	0	1	0	0	0	0	1,2	0,18232
85	85	0	1	0	0	0	0	1,6	0,47
86	86	0	1	0	0	0	0	1,4	0,33647
87	87	0	1	0	0	0	0	1,1	0,09531
88	88	0	1	0	0	0	0	1,7	0,53063