



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS
Departamento de Tecnologia de Alimentos

Efeito de diferentes aromas cítricos sobre a
qualidade e estabilidade sensoriais de suco
de laranja pronto para beber

SELMA BERGARA ALMEIDA
Engenheira de Alimentos

Campinas
Janeiro / 2006

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA F.E.A. – UNICAMP

AL64e Almeida, Selma Bergara
Efeito de diferentes aromas cítricos sobre a qualidade e
estabilidade sensoriais de suco de laranja pronto para beber /
Selma Bergara Almeida. -- Campinas, SP: [s.n.], 2006.

Orientador: Maria Aparecida Azevedo Pereira da Silva
Tese (doutorado) – Universidade Estadual de
Campinas.Faculdade de Engenharia de Alimentos.

1. Sucos cítricos – Sabor e aroma. 2. Olfatometria. 3.
Suco de laranja. 4. Análise sensorial. I. Silva, Maria
Aparecida Azevedo Pereira da. II. Universidade Estadual de
Campinas.Faculdade de Engenharia de Alimentos. III. Título.

(cars/fea)

Título em inglês: Effect of different citrus aromas on sensory quality and stability of
ready-to-drink orange juice

Palavras-chave em inglês (Keywords): Citrus juice – Flavor and odor, Olfactometry,
Orange juice, Sensory analysis

Titulação: Doutor em Tecnologia de Alimentos

Banca examinadora: Maria Aparecida Azevedo Pereira da Silva
Eliete Vaz de Faria

Helena Maria André Bolini

José de Assis Fonseca Faria

Mércia de Fátima Manente Bettini

Natália Soares Janzanti

SELMA BERGARA ALMEIDA

Engenheira de Alimentos

Efeito de diferentes aromas cítricos sobre a
qualidade e estabilidade sensoriais de suco
de laranja pronto para beber

Tese apresentada à Faculdade
de Engenharia de Alimentos –
Universidade Estadual de
Campinas, para obtenção do
título de **Doutor** em Tecnologia
de Alimentos

Prof^a Dr^a MARIA APARECIDA A. P. DA SILVA

Orientadora

Campinas
Janeiro / 2006

BANCA EXAMINADORA

Profª Drª Maria Aparecida Azevedo Pereira da Silva
Orientadora

Drª Eliete Vaz de Faria
Membro

Profª Drª Helena Maria André Bolini
Membro

Prof. Dr. José de Assis Fonseca Faria
Membro

Drª Mércia de Fátima Manente Bettini
Membro

Drª Natália Soares Janzantti
Membro

*“Confie no Senhor de todo o seu coração e
não se apóie em seu próprio entendimento;
reconheça o Senhor em todos os seus caminhos,
e Ele endireitará as suas veredas.*

*Deleite-se no Senhor,
e Ele atenderá aos desejos do seu coração.*

Entregue o seu caminho ao Senhor;

confie nEle, e Ele agirá;

(Provérbios 3:5-6; Salmo 37:4-5)

*Àquele que, durante todo este trabalho,
guiou meus passos,
abriu todas as portas para que eu passasse,
proveu tudo que necessitei no momento certo,
socorreu-me nas horas de angústia e aperto
e tem me envolvido com seu grande amor e perdão;
a **Jesus**, Salvador e Senhor de minha vida,
Dedico.*

Agradecimentos

À CAPES e ao CNPq pela concessão das bolsas de estudos. Ao CNPq pelo Apoio Financeiro a Projeto de Pesquisa concedido, sob processo nº 472009/01-0.

À Flavor Tec – Aromas de Frutas Ltda., pela elaboração dos aromas utilizados.

À Fischer-Döhler Ltda., nas pessoas dos Srs. Christian Heineken e Rogério Origa, pelo fornecimento do suco de laranja concentrado, permissão para realização de análises físico-químicas no laboratório da empresa e pelo apoio financeiro que permitiu que parte deste trabalho fosse apresentada em congresso científico nacional, bem como permitiu minha participação em cursos técnicos.

À Prof^a Dr^a Maria Aparecida, pela dedicada e eficiente orientação, pelo exemplo ético, por abrir-me os olhos a enxergar adiante do momento vivido, pelo estímulo, amizade e por compartilhar suas experiências profissionais e de vida.

À Dr^a Mércia Bettini, pela pronta colaboração e valiosas sugestões concedidas desde a concepção do projeto de pesquisa, como também pelo estímulo e carinho sempre transmitidos.

Ao Prof. Dr. J. Assis Faria, pelas muitas sugestões e colaborações, sobretudo na concessão da planta piloto de processamento asséptico em garrafas plásticas (DTA/FEA).

À Dr^a Natália Janzanti, pela paciente e dedicada orientação no campo da CG e CG-EM, sem a qual o objetivo principal desta pesquisa não teria sido alcançado.

À Dr^a Eliete Vaz de Faria pelas sugestões realizadas desde o exame de qualificação do projeto de pesquisa e pelo estímulo sempre transmitido.

À Prof^a Dr^a Helena Maria Bolini, pelos auxílios e sugestões dispensados.

À Prof^a Dr^a Maria Regina Bueno Franco por sua colaboração na obtenção do financiamento do projeto de pesquisa e na identificação dos compostos voláteis.

À Prof^a Dr^a Hilary de Menezes, pelas sugestões feitas por ocasião do exame de qualificação do projeto de pesquisa.

À Prof^a Dr^a Pilar Rodriguez e a Rosinha pela colaboração na área de microbiologia.

Aos hoje doutores Rodrigo Petrus e Laura Abreu por terem despendido de seus preciosos tempos, participando do planejamento e execução dos processamentos do suco de laranja. Foi inesquecível a dedicação de vocês!

Às estagiárias Raquel, Carol e Lídia. O que teria sido de mim sem vocês!

À Nilda pela colaboração nas análises estatísticas, pela troca de experiências, companheirismo e amizade.

À Gisele Letícia, hoje doutora, pelas dicas sobre o uso e análise do Osme.

Ao Francisco Carraro, pelos serviços prestados no Laboratório Central Instrumental, do Departamento de Alimentos e Nutrição – FEA – UNICAMP.

Aos provadores das equipes descritivas, por tanta dedicação: Alessandra Lopes, Alice, Betânia, Bete Dias, Elisângela, Mara, Gabit, Gisele, Gustavo, Karina, Luciane, Natália, Nora, Patrícia Colugnati, Priscila Ferraz, Raffaella, Róger e Soely.

A todos os consumidores dos testes afetivos, principalmente àqueles que participaram do teste de estabilidade.

À Cidinha, Graça, Sônia, Marlene e demais funcionários das Secretarias do DEPAN e DTA. À Fátima, pelos serviços de informática prestados, pelo bom humor e pelas pipocas.

Ao Cosme e demais funcionários da Secretaria de Pós-graduação, da FEA.

À Creusa, Cláudia, Maria do Carmo e demais funcionários da BIB-FEA.

Ao Afranio, por compartilhar comigo as alegrias e lágrimas desses anos de luta.

Aos meus pais pelo apoio incondicional e orações. À minha irmã Ana Virgínia, pelo incentivo e apoio logístico.

À amiga e irmã em Cristo Eliana, pelo apoio espiritual, conselhos, socorros e por compartilhar comigo das alegrias e tristezas desses anos de luta. Ao meu sobrinho Aron, por gastar seu precioso tempo de adolescente me ajudando a elaborar gráficos e tabelas.

À Nice (Erenice), pelos serviços prestados e por compartilhar das minhas alegrias e lágrimas, por me socorrer na hora do apuro, pelo estímulo e orações.

À Natália, à Karina e à Suzi, pela amizade, carinho, companheirismo, troca de experiências, risadas, desabafos, estímulo em horas difíceis, pães de queijo, cafezinhos, caronas, livro, auxílios na hora do apuro. Que cultivemos essa amizade!

À amiga Glória, por bancar a psicóloga, pelas caronas e traduções, pelo apoio.

À Lia (Eliete), pelos serviços prestados, pelo socorro na hora do apuro, pela organização das confraternizações.

Aos companheiros de laboratório Alessandra Bertolini, Regina, Jorge, Nora, Patrícia, Rosa, Dora, PS, Fábio, Aline, Renata, Vitor e Prof. Nilo, pela convivência saudável, troca de experiências, ajudas, risadas, desabafos, etc.

Ao Prof. Dr. Carlos Grosso, pelos “Bom dia!”, sorrisos, caronas e incentivo.

À Izabela, Ana Sílvia, Aline e Suzi, pelo socorro na reta final.

Esta tese foi um trabalho multidisciplinar e, portanto, seria impossível realizá-la sem a colaboração de tantas pessoas. A todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para sua realização, meu muito obrigado (mesmo que não tenham sido citados). Peço a Deus que recompense a todos com Suas mais ricas bênçãos.

ÍNDICE

ÍNDICE DE FIGURAS	xii
ÍNDICE DE TABELAS	xvii
RESUMO	1
ABSTRACT	3
1. INTRODUÇÃO	5
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	9
2.1. Cromatografia Gasosa Olfatometria.....	9
2.2. Aroma e Sabor de Suco de Laranja.....	18
2.2.1. Composição Química e Características Sensoriais de Óleos e Essências Cítricas.....	20
2.2.2. Pesquisas Envolvendo Óleos, Essências e Sucos Provenientes de Laranjas (<i>Citrus sinensis</i>) de Variedades Brasileiras.....	37
3. MATERIAIS E MÉTODOS	44
3.1. Matérias Primas.....	44
3.1.1. Suco Concentrado.....	44
3.1.2. Aromas cítricos.....	44
3.2. Processamento do Suco pronto para beber (<i>ready-to-drink</i>).....	45
3.3. Impacto dos aromas naturais sobre a aceitação e o perfil sensorial do suco pronto-para-beber.....	53
3.3.1. Teste com consumidores.....	53
3.3.2. Perfil Sensorial.....	56
3.4. Estabilidade sensorial dos aromas naturais ao processamento térmico do suco-pronto-para-beber (<i>ready-to-drink</i>).....	60
3.5. Impacto dos aromas naturais sobre a estabilidade sensorial do suco pronto-para-beber (<i>ready-to-drink</i>) em função do armazenamento da bebida..	61
3.5.1. Análise Sensorial.....	61

3.5.2. Análises Físico-químicas.....	64
3.6. Identificação dos Compostos Voláteis Odoríferos Presentes no Aroma III	65
3.6.1. Cromatografia Gasosa de Alta Resolução (CG-DIC).....	65
3.6.2. Cromatografia Gasosa-olfatometria (OSME).....	66
3.6.3. Cromatografia Gasosa-Espectrometria de Massas (CG-EM).....	72
4. RESULTADOS	74
4.1. Impacto dos aromas naturais sobre a aceitação e o perfil sensorial do suco de laranja pronto-para-beber	74
4.1.1. Aceitação	74
4.1.2. Perfil Sensorial	79
4.2. Estabilidade sensorial dos aromas naturais ao processamento térmico do suco pronto para beber (ready-to-drink).....	85
4.2.1. Aceitação	85
4.2.2. Perfil Sensorial	86
4.3. Impacto dos aromas naturais sobre a estabilidade sensorial do suco pronto para beber (ready-to-drink) durante o armazenamento da bebida	95
4.3.1. Aceitação	95
4.3.2. Perfil Sensorial	100
4.3.3. Análises Físico-químicas	132
4.3.4. Avaliação da Aparência das Formulações de Suco de Laranja Pronto para Beber	139
4.4. Identificação de Compostos Voláteis Odoríferos Presentes no Aroma III..	143
4.4.1. Grau de Consenso da Equipe de Julgadores	155
5. CONCLUSÕES	165
5.1. Impacto dos aromas naturais sobre a aceitação e o perfil sensorial do suco de laranja pronto para beber.....	165
5.2. Estabilidade sensorial dos aromas naturais ao processamento térmico do suco de laranja pronto para beber (<i>ready-to-drink</i>)	166
5.3. Impacto dos aromas naturais sobre a estabilidade sensorial do suco	166

pronto para beber (<i>ready-to-drink</i>) durante o armazenamento da bebida	
5.4. Compostos Voláteis de Importância Odorífera para o Aroma III	168
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	170
ANEXOS	183
Anexo 1	183
Anexo 2	185
Anexo 3	189

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 1. Arranjo do cromatógrafo para o uso da técnica Osme (A) e aromagrama obtido através da técnica OSME (B)	15
FIGURA 2. Fluxograma do processamento dos sucos de laranja prontos para beber.	46
FIGURA 3. Área de preparo da planta piloto de processamento e acondicionamento asséptico de alimentos líquidos em garrafas plásticas - Faculdade de Engenharia de Alimentos – UNICAMP, Campinas (SP), utilizada na presente pesquisa.	48
FIGURA 4. Formulações de suco pronto-para-beber (A, B, C e D) envasadas em embalagem PET.	48
FIGURA 5. Trocador de calor a placas utilizado na presente pesquisa (planta piloto de processamento e acondicionamento asséptico de alimentos líquidos em garrafas plásticas - Faculdade de Engenharia de Alimentos – UNICAMP, Campinas, SP).	49
FIGURA 6. Interior da sala de envase utilizada no processamento das formulações de suco da presente pesquisa (planta piloto de processamento e acondicionamento asséptico de alimentos líquidos em garrafas plásticas - Faculdade de Engenharia de Alimentos – UNICAMP, Campinas, SP).....	50
FIGURA 7. Higienização das embalagens PET (A) e sistema de esterilização de embalagens (B) utilizado no presente estudo (planta piloto de processamento e acondicionamento asséptico de alimentos líquidos em garrafas plásticas - Faculdade de Engenharia de Alimentos – UNICAMP, Campinas, SP).	51
Figura 8. Ficha de aplicação utilizada no teste de consumidor realizado para avaliação do impacto dos aromas naturais sobre a aceitação do suco de laranja pronto para beber.	54
FIGURA 9. Questionário de recrutamento de provadores para participação dos testes sensoriais aplicados para avaliação das formulações de suco de laranja.	55
FIGURA 10. Ficha utilizada para levantamento de termos descritivos das formulações de suco de laranja, segundo Método de Rede (MOSKOWITZ, 1983)	58
FIGURA 11. Ficha utilizada no teste de consumidor para avaliação do impacto dos aromas naturais sobre a estabilidade sensorial do suco pronto para beber em função do armazenamento da bebida.....	62
FIGURA 12. Ficha utilizada no teste de diferença do controle realizado para verificar a existência de diferença significativa ($p \leq 0,05$) entre as amostras dos três lotes da formulação A.....	63
FIGURA 13. Julgador avaliando efluente cromatográfico através da técnica Osme – Laboratório Central Instrumental – Departamento de Alimentos e Nutrição – Faculdade de Engenharia de Alimentos – UNICAMP, Campinas, SP.....	68
FIGURA 14 A. Dimensão das amostras do MDPREF de suco de laranja pronto para beber ($a_1 = A$; $a_2 = B$; $a_3 = C$; $a_4 = D$), em condições pré-	76

processamento térmico; a5, a6, a7 e a8 = amostras comerciais (E, F, G e H, respectivamente); **B.** Dimensões dos consumidores do MDPREF de suco de laranja pronto para beber.....

FIGURA 15. Lista de atributos e respectivas amostras referências que ancoraram os extremos das escalas para avaliação descritiva do suco de laranja pronto para beber. Amostra 075 = amostra H; amostra 523 = B.....	81
FIGURA 16. Ficha de avaliação descritiva utilizada na avaliação do perfil sensorial das formulações de suco de laranja pronto para beber.....	83
FIGURA 17. Dimensões I e II da Análise de Componentes Principais para amostras de suco de laranja pronto para beber (A; B; C; D - formulações com aromas naturais em condições pré-processamento térmico-; F e H = amostras comerciais)	84
FIGURA 18. Dimensões I e II da Análise de Componentes Principais referente aos perfis sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber (A, B, C, D), antes e após o processamento térmico	88
FIGURA 19. Perfil sensorial da formulação D de suco de laranja pronto para beber, antes e após processamento.....	89
FIGURA 20. Perfil sensorial da formulação A de suco de laranja pronto para beber, antes e após processamento. *Médias de intensidade do atributo das amostras pré e pós-processamento diferiram significativamente ($p \leq 0,05$).....	91
FIGURA 21. Perfil sensorial da formulação B de suco de laranja pronto para beber, antes e após processamento. *Médias de intensidade do atributo das amostras pré e pós-processamento diferiram significativamente ($p \leq 0,05$).....	92
FIGURA 22. Perfil sensorial da formulação C de suco de laranja pronto para beber, antes e após processamento. *Médias de intensidade do atributo das amostras pré e pós-processamento diferiram significativamente ($p \leq 0,05$).....	93
FIGURA 23. Perfis sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber (A, B, C e D) após processamento	94
FIGURA 24. Regressões lineares da aceitação global das formulações de suco de laranja pronto para beber em função do tempo de armazenamento.	98
FIGURA 25. Regressões lineares da aceitação do aroma das formulações de suco de laranja pronto para beber em função do tempo de armazenamento.....	98
FIGURA 26. Regressões lineares da aceitação do sabor das formulações de suco de laranja pronto para beber em função do tempo de armazenamento..	99
FIGURA 27. Distribuição de frequência da intenção de compra pelos consumidores das formulações de suco de laranja pronto para beber no tempo inicial de armazenamento	100
FIGURA 28. Dimensões I e II da Análise de Componentes Principais para amostras de suco de laranja pronto para beber (A; B; C; D - formulações com	102

aromas naturais; e H = amostra comercial) no tempo inicial de armazenamento

FIGURA 29. Dimensões I e III da Análise de Componentes Principais para amostras de suco de laranja pronto para beber (A; B; C; D - formulações com aromas naturais; e H = amostra comercial) no tempo inicial de armazenamento 102

FIGURA 30. Perfis sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber (A, B, C, D e H) no tempo inicial de armazenamento..... 104

FIGURA 31. Dimensões I e II da Análise de Componentes Principais para a formulação **A** de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0, 20, 40 e 60 dias..... 105

FIGURA 32. Dimensões I e III da Análise de Componentes Principais para a formulação **A** de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0, 20, 40 e 60 dias..... 105

FIGURA 33. Dimensões I e II da Análise de Componentes Principais para a formulação **B** de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0 e 20 dias..... 106

FIGURA 34. Dimensões I e III da Análise de Componentes Principais para a formulação **B** de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0 e 20 dias..... 106

FIGURA 35. Dimensões I e II da Análise de Componentes Principais para a formulação **C** de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0, 20, 40, 60 e 90 dias 107

FIGURA 36. Dimensões I e III da Análise de Componentes Principais para a formulação **C** de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0, 20, 40, 60 e 90 dias 107

FIGURA 37. Dimensões I e II da Análise de Componentes Principais para a formulação **D** de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0, 20, 40, 60 e 90 dias..... 108

FIGURA 38. Dimensões I e III da Análise de Componentes Principais para a formulação **D** de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0, 20, 40, 60 e 90 dias..... 108

FIGURA 39. Dimensões I e II da Análise de Componentes Principais para a formulação **H** de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0, 20, 40 e 60 dias..... 109

FIGURA 40. Dimensões I e III da Análise de Componentes Principais para a formulação **H** de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0, 20, 40 109

e 60 dias.....

FIGURA 41. Perfis sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber (A, B, C, D e H) aos 20 dias de armazenamento.....	116
FIGURA 42. Perfis sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber (A, C, D e H) aos 40 dias de armazenamento.....	116
FIGURA 43. Perfis sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber (A, C, D e H) aos 60 dias de armazenamento.....	117
FIGURA 44. Perfis sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber (C e D) aos 90 dias de armazenamento.....	117
FIGURA 45. Médias de intensidade de escurecimento obtidas para as amostras B e H ao longo do armazenamento.....	120
FIGURA 46. Médias de intensidade de viscosidade obtidas para as amostras A, B, C, D e H ao longo do armazenamento.....	121
FIGURA 47. Médias de intensidade de aroma doce obtidas para as amostras A, B, C, D e H ao longo do armazenamento.....	121
FIGURA 48. Médias de intensidade de aroma cozido obtidas para as amostras B, D e H ao longo do armazenamento.....	122
FIGURA 49. Médias de intensidade de aroma ácido obtidas para as amostras A, B e H ao longo do armazenamento.....	122
FIGURA 50. Médias de intensidade de aroma de casca de laranja obtidas para as amostras A, B e D ao longo do armazenamento.....	123
FIGURA 51. Médias de intensidade de aroma de suco velho obtidas para as amostras A, B e H ao longo do armazenamento.....	123
FIGURA 52. Médias de intensidade de gosto doce obtidas para as amostras A, B, D e H ao longo do armazenamento.....	124
FIGURA 53. Médias de intensidade de gosto ácido obtidas para as amostras A, B, C, D e H ao longo do armazenamento.....	124
FIGURA 54. Médias de intensidade de residual amargo obtidas para as amostras A, B, C, D e H ao longo do armazenamento.....	125
FIGURA 55. Médias de intensidade de sabor de suco natural obtidas para as amostras A, B e H ao longo do armazenamento.....	125
FIGURA 56. Médias de intensidade de sabor cozido obtidas para as amostras A, B e H ao longo do armazenamento.....	126

FIGURA 57. Médias de intensidade de sabor de casca de laranja obtidas para as amostras A e B ao longo do armazenamento.....	126
FIGURA 58. Médias de intensidade de sabor picante obtidas para as amostras A, B e H ao longo do armazenamento	127
FIGURA 59. Médias de intensidade de corpo (textura) obtidas para as amostras A, B, C e H ao longo do armazenamento.....	127
FIGURA 60. Regressão linear associada à perda de ácido ascórbico das formulações de suco de laranja pronto para beber em função do tempo de armazenamento.....	135
FIGURA 61. Regressão linear associada ao aumento do índice de escurecimento das formulações de suco de laranja pronto para beber em função do tempo de armazenamento.....	135
FIGURA 62. Formulações A, B, C e D de suco de laranja pronto para beber envasadas em garrafas PET, no início e aos 20 dias de armazenamento.....	140
FIGURA 63. Formulações A, C e D de suco de laranja pronto para beber envasadas em garrafas PET, no início e aos 40 dias de armazenamento.....	140
FIGURA 64. Formulações A, C e D de suco de laranja pronto para beber envasadas em garrafas PET, no início e aos 60 dias de armazenamento.....	142
FIGURA 65. Formulações C e D de suco de laranja pronto para beber envasadas em garrafas PET, no início e aos 90 dias de armazenamento.....	142
FIGURA 66. Cromatograma (A) e aromagrama (B) do efluente cromatográfico do Aroma III. Pico A: limoneno; PI: padrão interno.....	143
FIGURA 67. Aromagrama médio dos compostos voláteis do aroma III, resultante das avaliações do julgador 1	156
FIGURA 68. Aromagrama médio dos compostos voláteis do aroma III, resultante das avaliações do julgador 2.....	156
FIGURA 69. Aromagrama médio dos compostos voláteis do aroma III, resultante das avaliações do julgador 3.....	157
FIGURA 70. Aromagrama médio dos compostos voláteis do aroma III, resultante das avaliações do julgador 4.....	157
FIGURA 71. Aromagrama médio dos compostos voláteis do aroma III, resultante das avaliações do julgador 5.....	158

ÍNDICE DE TABELAS

TABELA 1. Compostos voláteis identificados em óleo essencial e essências aquosa e oleosa de laranja (<i>Citrus sinensis</i>), e respectivas referências bibliográficas que os reportaram.....	21
TABELA 2. Amostras referências utilizadas no treinamento da equipe de julgadores que avaliaram o aroma III através da técnica OSME.....	69
TABELA 3. Médias de aceitação de suco de laranja pronto para beber (n= 112 consumidores).....	75
TABELA 4. Número de consumidores de suco de laranja significativamente ajustados ($p \leq 0,10$) pelas duas primeiras dimensões de preferência em cada quadrante do plano cartesiano.....	77
TABELA 5. Médias de intensidade e desvios padrões (DP) dos atributos sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber pré-processamento.....	80
TABELA 6. Médias de aceitação das formulações de suco de laranja pronto para beber antes e após o processamento térmico (n = 112 e 106 consumidores, respectivamente).....	85
TABELA 7. Médias de intensidade e desvios padrões (DP) dos atributos sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber, antes e após o processamento térmico.....	87
TABELA 8. Médias de aceitação global e aceitação quanto ao aroma e sabor e médias da intenção de compra das formulações de suco de laranja pronto para beber (n = 40 consumidores).....	96
TABELA 9. Médias de intensidade dos atributos sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber no tempo inicial de armazenamento.....	103
TABELA 10. Médias de intensidade e desvios-padrões (DP) dos atributos sensoriais da formulação A de suco de laranja pronto para beber durante o armazenamento.....	111
TABELA 11. Médias de intensidade e desvios-padrões (DP) dos atributos sensoriais da formulação B de suco de laranja pronto para beber durante o armazenamento.....	112
TABELA 12. Médias de intensidade e desvios-padrões (DP) dos atributos sensoriais da formulação C de suco de laranja pronto para beber durante o armazenamento.....	113
TABELA 13. Médias de intensidade e desvios-padrões (DP) dos atributos sensoriais da formulação D de suco de laranja pronto para beber durante o	114

armazenamento.....	
TABELA 14. Médias de intensidade e desvios-padrões (DP) dos atributos sensoriais da formulação H de suco de laranja pronto para beber durante o armazenamento.....	115
TABELA 15. Equações de regressão, respectivos coeficientes de determinação ajustados (R^2_{aj}) e níveis de significância, para cada atributo e cada formulação de suco de laranja pronto para beber (A, C, D e H).....	119
TABELA 16. Coeficientes de correlação de Pearson (r) entre as médias dos atributos sensoriais descritivos das formulações de suco de laranja pronto para beber (A, B, C, D e H). (p: nível de significância; ns: correlação não significativa, a $p \leq 0,05$)......	129
TABELA 17. Coeficientes de correlação de Pearson (r) e respectivos níveis de significância (<i>em itálico</i>) entre as médias dos atributos sensoriais hedônicos e descritivos das formulações de suco de laranja pronto para beber (A, B, C, D e H; n = consumidores).....	131
TABELA 18. Médias e desvios padrões (DP) do teor de ácido ascórbico e índice de escurecimento (<i>browning</i>) das formulações de suco de laranja pronto para beber.....	133
TABELA 19. Médias, desvios padrão (DP) e coeficientes de variação (CV) entre os teores de ácido ascórbico e os índices de escurecimento (<i>browning</i>) dos três lotes da formulação A de suco de laranja pronto para beber.....	137
TABELA 20. Coeficientes de correlação de Pearson (r) entre os resultados das análises físico-químicas e entre estes e os atributos sensoriais descritivos das formulações de suco de laranja pronto para beber.....	138
TABELA 21. Picos odoríferos percebidos no efluente cromatográfico do aroma III e respectivos índices de Kováts, descrição da qualidade do odor percebido, intensidade e porcentagem de área no aromagrama e no cromatograma.....	144
TABELA 22. Compostos voláteis de importância odorífera presentes no Aroma III.....	147
TABELA 23. Compostos voláteis sem importância odorífera para o Aroma III.	152
TABELA 24. Intensidades máximas médias e desvios padrões dos odores percebidos por cada julgador, em ordem decrescente de importância odorífera.....	161
TABELA 25. Níveis de significância de F , para amostra e repetição, para cada provador da equipe sensorial descritiva.....	183
TABELA 26. Médias de intensidade dos atributos sensoriais, atribuídas por cada provador a seleção da equipe sensorial.....	185

RESUMO

Para a recuperação do aroma e sabor de fruta fresca ao suco industrializado, subprodutos do processamento do suco de laranja, como óleo essencial e essências aquosa e oleosa, são normalmente reincorporados ao produto processado. A adição de cada um desses subprodutos confere ao produto final qualidade e estabilidade sensoriais distintas. O presente trabalho teve por objetivo avaliar a qualidade e estabilidade sensoriais do suco de laranja reconstituído, produzido com laranjas de variedades brasileiras e aromatizado com quatro diferentes aromas naturais de laranja, quais sejam: I - *óleo essencial*; II - *frações destiladas de essência oleosa (oil phase)*; III - aroma formulado contendo *frações destiladas de óleo essencial e de essência oleosa*; e, IV - aroma formulado contendo *frações destiladas de óleo essencial, frações destiladas de essência oleosa e de essência aquosa (water phase)*. Assim, esta pesquisa consistiu em quatro etapas, a saber: avaliação do impacto dos quatro aromas naturais sobre a aceitação e perfil sensorial do suco de laranja pronto para beber em condições pré-processamento térmico; avaliação da estabilidade sensorial dos aromas naturais ao processamento térmico do suco; avaliação do impacto dos aromas naturais sobre a estabilidade sensorial do suco pronto para beber durante o armazenamento da bebida e, finalmente, a identificação de compostos voláteis odoríferos presentes em um dos aromas mais estáveis - Aroma III. Quatro formulações de suco de laranja reconstituído foram elaboradas, adicionando-se os aromas I, II, III e IV, processadas e envasadas assepticamente em garrafas PET. Os perfis sensoriais, através de Análise Descritiva Quantitativa, e a aceitação das quatro formulações de suco de laranja pronto para beber foram avaliados antes e após o processamento térmico, bem como durante o armazenamento da bebida por 20, 40, 60 e 90 dias. Índices de escurecimento e teores de vitamina C foram determinados durante o armazenamento. Adicionalmente, amostras comerciais de suco de laranja pronto para beber foram avaliadas. Os dados foram analisados por ANOVA, teste de média Tukey ou t-Student, Mapa de Preferência, Análise de Componentes Principais, análise de correlação de Pearson e análise de regressão linear dos parâmetros sensoriais em função do tempo de armazenamento da bebida. O aroma III foi avaliado por cromatografia gasosa (CG), CG-olfatometria

(Osme) e espectrometria de massas. Os resultados obtidos na primeira etapa da pesquisa sugeriram que a reincorporação dos compostos voláteis provenientes da **essência oleosa** contribuem menos para aumentar a aceitação do suco de laranja do que aqueles provenientes do **óleo essencial**. Em contrapartida, as amostras comerciais tiveram aceitação modesta entre os consumidores indicando que, no Brasil, os sucos de laranja comerciais podem ainda ter sua qualidade sensorial melhorada pela adição de novos aromas naturais. Na segunda etapa, a avaliação da aceitação das amostras pré e pós-processamento indicou boa estabilidade dos aromas naturais estudados ao processamento térmico. Os perfis sensoriais das formulações sugeriram que: i) a reincorporação ao suco de frações destiladas dos três subprodutos do processamento da laranja, resulta em maior estabilidade térmica do que aromas derivados apenas do óleo essencial; e, ii) a presença de voláteis provenientes da essência aquosa no aroma natural de laranja, mesmo que em proporções minoritárias, realça no suco notas de sabor de *suco natural* e suaviza as notas de aroma e sabor de *casca de laranja*. Na terceira etapa, durante o armazenamento da bebida, a formulação contendo apenas frações de **essência oleosa** apresentou, notadamente, menor estabilidade sensorial do que as demais formulações, contendo compostos voláteis provenientes do **óleo essencial**. Possivelmente essa ocorrência seja devida à presença de agentes antioxidantes naturais nas frações derivadas do óleo essencial. Adicionalmente, os resultados sugeriram que a adição ao suco de laranja de frações destiladas de óleo essencial resulta em melhor estabilidade sensorial à bebida do que a adição ao suco do óleo essencial na sua forma integral. Em todas as amostras, ao longo do período de armazenamento, ocorreu queda dos teores de vitamina C e concomitante escurecimento dos sucos. Finalmente, na última etapa, foram gerados 55 picos de odores, os quais apresentaram, predominantemente, notas de aroma associadas à laranja. **Beta-mirceno, butanoato de etila, a-pineno, hexanal, citral e decanol** foram os compostos voláteis de maior importância odorífera identificados. Os compostos β -terpineol, citronelal, undecanal, acetato de α -terpenila, acetato de nerila e *a*-cariofileno foram identificados como compostos de alto poder odorífero e, limoneno, linalol, α -terpineol e decanal, como compostos de baixo poder odorífero.

ABSTRACT

To restore the natural orange aroma and flavor to industrialized juices, processors add natural flavorings obtained from three orange juice by-products: the cold-pressed oil, the oil phase and the water phase. The addition of each of these by-products results in juices with distinct sensory characteristics and acceptability. The present work aimed at evaluating the sensory quality and stability of reconstituted orange juice from Brazilian varieties, flavored with four different orange natural aromas, which are: I – essential oil; II – distilled fractions of the oil phase; III - formulated aroma containing distilled fractions of the essential oil and of the oil phase e, IV – formulated aroma containing distilled fractions of the essential oil, distilled fractions of the oil phase and of the water phase. Thus the present research was divided into four stages: evaluation of the impact of four natural aromas (I, II, III, IV) on the acceptability and sensory profile of ready-to-drink orange juice before thermal treatment; evaluation of the sensory stability of the natural aromas to the thermal treatment of the juice; evaluation of the natural aromas impact to the sensory stability of ready-to-drink orange juice during storage; the identification of odor volatiles compounds in one of the most stable aromas – Aroma III. Four reconstituted orange juices formulations were elaborated, by adding the above mentioned flavorings (I, II, III, IV), processed and packed in PET bottles. The sensory profiles, by using Quantitative Descriptive Analysis, and the acceptability of the four ready-to-drink orange juices were evaluated before and after the processing, and also during their 20, 40, 60 and 90 day-storage. In addition, other commercial samples of ready-to-drink orange juice were included in this study. Determinations of the ascorbic acid and the browning index of formulated juices were done as well. Data were analyzed by ANOVA, Tukey or t Student mean test, Principal Component Analysis, Preference Mapping, Pearson's correlation analysis and linear regression analysis of sensory parameters as a function of the storage time. The aroma III was evaluated by gas chromatography (GC), GC-olfactometry (OSME) and by mass spectrometry. The results obtained from the first research stage suggested that reintroduction of the volatiles compounds from oil phase contribute less to increase the acceptability of orange juice than those from the essential oil. On the other hand, all the commercial

samples presented moderate acceptability by consumers, indicating that the commercial orange juices in Brazil may have their sensory quality improved by adding new natural aromas. In the second research stage, the evaluation of the pre and post-processing samples acceptability indicated that the studied natural aromas presented good stability to the thermal treatment. The formulations sensory profiles suggested that: i) the reintroduction of the distilled fractions of the three orange processing by-products to the juice results in higher thermal stability than that caused by the aromas derived from the essential oil; ii) the presence of volatiles from distilled fractions of the water phase in the natural orange aroma, although in very small proportions, enhances natural juice flavor and softens orange peel flavor and aroma. In the third research stage, during the drink storage the formulation containing only distilled fractions of the oil phase presented much less sensory stability than the other formulations, containing volatile compounds from the essential oil. A possible explanation for this occurrence is the presence of natural antioxidants in those fractions derived from essential oil. Further, the results suggested that the addition of distilled fractions of essential oil to orange juice provides better sensory stability to the drink than the addition of the integral essential oil. During storage all samples showed decrease in vitamin C and simultaneous browning of juices. Finally, in the last research stage, Fifty-five odor peaks were generated, which presented aroma notes associated mostly to orange. **Beta-myrcene, ethyl butanoate, α -pinene, hexanal, citral and decanol** were identified as the highest aroma impact compounds. The compounds β -terpineol, citronellal, undecanal, α -terpinyl acetate, neryl acetate and α -cariophyllene were identified as high odor power compounds and, limonene, linalool, α -terpineol and decanal, as low odor power compounds.

1. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, o mercado consumidor brasileiro de suco de laranja processado tem se desenvolvido consideravelmente. Dentre os tipos de suco de laranja atualmente comercializados no país, encontram-se: *suco concentrado congelado*, *suco pasteurizado (not from concentrate – NFC)*, *suco concentrado reconstituído* e o *suco fresco* (NEVES *et al*, 2001; ESCOBAR *et al*, 1999; AMARO, 1999).

Entre os sucos industrializados, o concentrado congelado foi o primeiro a ser introduzido no mercado brasileiro, tendo dominado por vários anos este mercado. Entretanto, mais recentemente ocorreu uma redução de consumo domiciliar deste suco em favor do aumento do consumo de sucos prontos para beber (*ready-to-drink*), seja pasteurizado, reconstituído ou fresco. Essa informação é confirmada observando-se o grande número de marcas de suco de laranja pasteurizado ou reconstituído pronto para beber existentes atualmente no mercado brasileiro. Estima-se que as empresas produtoras desses tipos de suco no Estado de São Paulo tenham absorvido, na safra 1998/99, entre cinco e sete milhões de caixas de laranja (NEVES *et al*, 2001; AMARO, 1999).

Segundo NEVES *et al* (2001), em 2000, o consumo per capita de suco industrializado no Brasil foi de 9 litros por ano, contra 45 litros na Alemanha e 22 nos Estados Unidos da América. Esta informação evidencia que, embora venham apresentando um mercado crescente, o consumo dos sucos prontos para beber, quer do tipo pasteurizado, quer do tipo reconstituído, ainda não atingiu no Brasil todo seu potencial. No caso do suco reconstituído, sua limitação em conquistar maior mercado consumidor pode ser atribuída a duas razões: a primeira é que a qualidade sensorial deste suco no Brasil ainda está distante daquela do suco fresco, e a segunda, devido ao decréscimo da qualidade sensorial do produto durante sua vida-de-prateleira (ALVES e GARCIA, 1993). Em termos técnicos, pelo menos dois fatores concorrem para a perda da qualidade sensorial do suco de laranja reconstituído: i) a perda de voláteis odoríferos responsáveis pelo aroma

e sabor do suco fresco durante o processamento e, ii) alterações químicas sofridas pelo produto durante o armazenamento à temperatura ambiente, as quais não somente geram compostos voláteis que produzem aromas e sabores desagradáveis e atípicos do produto (*off-flavors*), como também alteram a cor do suco (AYHAN *et al.*, 2001; WILL *et al.*, 2000; LEE e CHEN, 1998; FALLICO *et al.*, 1996; NAIM *et al.*, 1993; KIMBALL, 1991; NAIM *et al.*, 1988; KAAANANE *et al.*, 1988; LEE e NAGY, 1988; PINO *et al.*, 1987; MANNHEIM e HAVKIN, 1981; NAGY E DINSMORE, 1974; NAGY e RANDALL, 1973; DINSMORE E NAGY, 1972).

Os compostos odoríferos responsáveis pelo aroma e sabor característicos da laranja encontram-se presentes em três diferentes subprodutos obtidos do processamento do suco: i) óleo essencial (*cold pressed oil*) presente na casca da laranja e perdido principalmente na etapa de extração do suco, ii) essência aquosa (*water phase*) e, iii) essência oleosa (*oil phase*); as duas últimas provenientes do próprio suco, volatilizadas durante o processo de concentração do mesmo. O óleo essencial e as essências cítricas são recuperados durante o processamento do suco, e posteriormente readicionados ao produto processado na tentativa de devolver ao mesmo, o aroma e sabor originais da fruta, sendo que cada uma dessas três frações possui propriedades sensoriais bastante distintas umas das outras. Uma vez que são extraídos do próprio suco, esses aromas são considerados como partes naturais do mesmo. Portanto, eles são reconhecidos como ingredientes GRAS (*Generally Recognized as Safe*) (REDD e HENDRIX Jr., 1993), não havendo necessidade de serem declarados no nome do suco industrializado apresentado no respectivo rótulo; devendo apenas constar sua presença na relação de ingredientes (ANVISA, 2002). Isto é muito positivo do ponto de vista comercial, considerando-se a atual tendência de consumo de produtos mais naturais possível.

A aromatização do suco de laranja utilizando apenas o óleo essencial integral é prática comum nas indústrias cítricas brasileiras. Entretanto, aromatizações que utilizam somente um dos subprodutos anteriormente citados – óleo essencial, essências aquosa e essência oleosa, confirmam ao suco um perfil sensorial insatisfatório, distante daquele de um suco natural fresco (MOSHONAS

e SHAW, 1995; 1983; REDD e HENDRIX Jr., 1993; SHAW, 1977a). De fato, estudos envolvendo a identificação de compostos voláteis presentes em óleos e essências cítricos e seus efeitos sobre a qualidade sensorial do suco, têm mostrado que o aroma e o sabor de laranja fresca é o resultado de uma mistura complexa de compostos voláteis provenientes tanto do óleo essencial, como das essências aquosa e oleosa, sendo fundamental uma readição desses voláteis ao suco processado cuidadosamente balanceada, para que o mesmo apresente a nota de fruta fresca tão apreciada pelo consumidor (GARCIA, 2000; BETTINI *et al*, 1998; BETTINI, 1995; BAZEMORE, 1995; MOSHONAS e SHAW, 1990a).

O uso exclusivo das essências aquosa ou oleosa confere ao suco sabor e aroma similares ao do suco fresco, entretanto, a baixa estabilidade dessas duas essências, devido à ausência de antioxidantes naturais, como carotenóides e tocoferol, provoca a redução da qualidade sensorial do produto durante sua vida de prateleira (SHAW, 1977a; 1977b). Assim, na readição de aromas naturais ao suco de laranja processado, é recomendável a utilização do óleo essencial, de forma combinada às essências aquosa e oleosa, uma vez que o primeiro contém antioxidantes naturais e, por esse motivo, confere maior estabilidade ao suco durante o armazenamento [BETTINI, 1995; REDD e HENDRIX Jr., 1993; SHAW 1977a; INAGASKI *et al* (1968 apud WATERS *et al*, 1976); NEWHALL e TING, 1965].

Ainda que toda a problemática anteriormente mencionada seja amplamente relatada e debatida na literatura internacional, no Brasil, poucos estudos científicos têm sido realizados utilizando as variedades nacionais de laranja e as condições de processamento de nossas indústrias. A realização de pesquisas focalizando esses aspectos pode oferecer, tanto à indústria nacional de sucos cítricos como às empresas produtoras de aromas naturais de laranja, conhecimentos que contribuirão para a melhoria da qualidade sensorial do suco reconstituído no Brasil. Este conjunto de resultados poderá ser a ferramenta necessária para a expansão do mercado consumidor de suco de laranja reconstituído pronto para beber, melhorando a receptividade do produto junto aos vários segmentos de mercado nas diversas regiões do Brasil.

Pelo exposto acima, o presente trabalho teve como objetivo avaliar, através de testes sensoriais descritivos e com consumidores, bem como através de métodos analíticos de cromatografia gasosa (CG), espectrometria de massas e CG-olfatometria (CGO), a qualidade e a estabilidade sensoriais do suco de laranja reconstituído, produzido com laranjas de variedades brasileiras, processado assepticamente e aromatizado com quatro diferentes tipos de aromas naturais, produzidos por empresas brasileiras:

- i) *óleo essencial integral de laranja;*
- ii) *frações de essência oleosa (oil phase);*
- iii) *aroma formulado contendo frações de óleo essencial + frações de essência oleosa de laranja (oil phase);*
- iv) *aroma formulado contendo frações de óleo essencial + frações de essência oleosa (oil phase) + frações de essência aquosa de laranja (water phase).*

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Cromatografia Gasosa Olfatometria

A cromatografia gasosa e espectrometria de massas têm sido ferramentas fundamentais e largamente utilizadas para identificação de compostos responsáveis por aromas. Segundo GROSCH (2001), até 1997, cerca de 8.000 voláteis haviam sido identificados e reportados pela literatura científica. Entretanto, há muito tempo, os pesquisadores perceberam que, entre os compostos identificados, vários não possuíam qualquer odor e apenas parte deles contribuía efetivamente ao aroma e sabor do alimento (STEPHAN *et al*, 2000). Assim, na década de 60, começaram a surgir técnicas para avaliação da importância odorífera de cada volátil no aroma e sabor dos alimentos.

Inicialmente, ROTHE e THOMAS (1963) e GUADAGNI *et al* (1966) propuseram, para essa finalidade, o conceito de *unidade de odor* – *Uo* ou *AOV*, que é expressa como a razão entre a concentração do volátil no extrato aromático e seu limiar de detecção (*threshold*) em solução aquosa ou oleosa (GUADAGNI *et al*, 1972), conforme a natureza da matriz do alimento, aquosa ou oleosa, respectivamente. Segundo GUADAGNI *et al* (1966), quanto maior o valor de *Uo*, maior a importância odorífera do volátil no aroma e sabor do produto. Embora utilizada até os dias atuais, DA SILVA *et al* (2004) apontam algumas desvantagens na abordagem dessa técnica para se avaliar a importância odorífera de voláteis: a laboriosidade e a alta variabilidade interlaboratorial na determinação de valores de *threshold*. Esta última, decorrente da diversidade de metodologias utilizadas, bem como diversidade dos meios de diluição usados para os compostos, do grau de pureza destes, de diferenças de sensibilidade e motivação entre os provadores, entre outros fatores. Adicionalmente, vários pesquisadores concordam que a Lei de STEVENS (1957) é uma representação bem mais adequada e amplamente aceita para se predizer o poder odorífero de compostos do que o conceito de *threshold* (STEPHAN *et al*, 2000; DA SILVA *et al*, 1994; STEVENS, 1961).

Frente à problemática envolvida no uso dos valores de U_o , o próprio GUADAGNI e outros pesquisadores (GUADAGNI *et al*, 1964; FULLER *et al*, 1964) desenvolveram uma nova metodologia para avaliação da importância odorífera de voláteis, denominada CG-*sniffing* ou apenas *sniffing*. Esta metodologia possivelmente levou ao desenvolvimento de uma nova geração de técnicas olfatométricas de avaliação de importância odorífera de compostos, genericamente classificadas como técnicas CG-olfatométricas (CGO).

De modo geral, as CGOs consistem na avaliação sensorial de compostos voláteis separados por cromatografia gasosa, quando estes deixam a coluna cromatográfica. Para evitar o ressecamento da mucosa nasal do julgador, após deixar a coluna, o efluente cromatográfico é misturado ao ar sintético ou medicinal, previamente filtrado e umidificado. Algumas técnicas CG-olfatométricas utilizam um divisor de fluxo na saída da coluna cromatográfica, promovendo a divisão do efluente entre o detector e um dispositivo (*sniffer*), o qual conduz o efluente cromatográfico contendo os compostos voláteis separados pela coluna até o nariz do julgador. Assim, enquanto o indivíduo avalia sensorialmente cada odor percebido no efluente cromatográfico, simultaneamente, os compostos voláteis separados pela coluna são detectados e registrados pelo equipamento. Quando não é do interesse dos pesquisadores o uso desse dispositivo, as análises cromatográfica e sensorial do efluente são realizadas separadamente e correlacionadas posteriormente. Geralmente, as técnicas CG-olfatométricas utilizam poucos julgadores – de 1 a 10, sendo a quantidade e a necessidade de treinamento dos mesmos variáveis conforme a técnica aplicada. Ao final das avaliações, além das descrições da qualidade de odor dos voláteis percebidos no efluente cromatográfico, os resultados são expressos graficamente através de um aromagrama, cujos parâmetros de construção variam de uma técnica à outra. Adicionalmente, as técnicas CGO utilizam a CG-espectrometria de massas, para a identificação daqueles compostos de importância odorífera.

Segundo ACREE e BARNARD (1994), as técnicas CG-olfatométricas podem ser classificadas em quatro tipos, a saber:

- i) Métodos de análise por diluição: que produzem estimativas da potência odorífera utilizando-se de diluições sucessivas do isolado de compostos voláteis, até atingir-se o limiar de detecção dos mesmos;
- ii) Métodos de intervalos de resposta: que utilizam o tempo de duração de um odor como medida de sua potência odorífera;
- iii) Métodos de tempo-intensidade: que avaliam a variação da intensidade do odor ao longo de um intervalo de tempo, ou seja, durante todo o tempo que o volátil leva para deixar a coluna;
- iv) Métodos de intensidade a posteriori: que a intensidade do odor posteriormente ao composto ter sido eluído.

Adicionalmente, existem técnicas CGO que utilizam a frequência de detecção de cada volátil pelos julgadores (OTT *et al*, 1997; POLLIEN *et al*; VAN RUTH *et al*, 1995; LINSSEN *et al*, 1993), para estimarem a importância odorífera dos compostos.

Embora a técnica CGO de maior impacto na área de química de aromas tenha sido desenvolvida em 1984 por Acree *et al* (1984), anos antes, uma técnica CGO de intensidade a *posteriori* foi proposta por CASIMIR e WHITFIELD (1978 apud GARRUTTI, 2001) e intitulada *Flavor Impact Value*. Neste método, após avaliar composto eluído, o julgador estimava a intensidade do odor associada a padrões externos utilizados durante a análise. As maiores dificuldades atribuídas a esse método referem-se à necessidade de extensivo treinamento dos julgadores e ao uso de padrões externos durante a análise, as quais têm limitado muito sua aplicação.

Posteriormente, Acree *et al* (1984) desenvolveram uma nova técnica CGO para avaliação da importância odorífera de voláteis, a qual denominaram CHARM. Aliado ao princípio CG-olfatométrico, CHARM utiliza também o princípio de diluições sucessivas, sendo classificada como uma técnica de diluição. Assim, são preparadas várias diluições em solvente do isolado contendo compostos voláteis extraídos do alimento. Cada diluição é separada pela coluna cromatográfica e submetida à avaliação sensorial à saída da mesma. São preparadas e avaliadas

quantas diluições forem necessárias até que os julgadores deixem de perceber todos os odores inicialmente presentes no efluente cromatográfico. A avaliação sensorial é realizada por indivíduos treinados, que, com o auxílio de um *software* instalado em um computador, reportam: i) os tempos inicial e final em que cada odor foi percebido; e, ii) a qualidade de cada odor (frutal, floral, madeira, etc). Após a avaliação, o *software* integra os dados fornecidos pelo indivíduo, armazenando-os. Ao final da avaliação de todas as diluições do isolado odorífero, um *software* integra os dados provenientes de todos os julgadores, produzindo um aromagrama. O aromagrama corresponde a um gráfico do índice de diluição do isolado em função dos tempos da corrida cromatográfica nos quais os julgadores perceberam cada estímulo odorífero no efluente cromatográfico. Segundo CHARM, regiões que apresentam picos mais altos indicam a presença de compostos voláteis de maior impacto odorífero no aroma e sabor do alimento em estudo. Para diminuir a variação intra e interindividual nas avaliações, ACREE e BARNARD (1994) recomendam que se faça pelo menos três replicatas do isolado inicial e suas diluições.

Logo após o desenvolvimento de CHARM, uma metodologia similar foi proposta por GROSCH *et al* (1987) e intitulada AEDA (*Aroma Extract Dilution Analysis*). Esta técnica utiliza ambos os princípios de CGO e de diluição. Os procedimentos de avaliação são semelhantes aos de CHARM, porém a análise dos resultados difere entre as duas metodologias. GROSCH *et al* (1987) definem um parâmetro denominado valor *FD* ou *D*, que consiste no fator de diluição correspondente à maior diluição do isolado em que determinado composto pôde ser percebido pelos julgadores no efluente cromatográfico. Assim, um valor *FD* de um composto volátil igual a 11 indica que a maior diluição do isolado em que esse composto foi percebido sensorialmente no efluente cromatográfico corresponde à diluição 1:10. Segundo essa metodologia, quanto maior o valor *FD*, maior a importância odorífera do composto volátil no aroma e sabor do alimento avaliado. Comparando as duas técnicas, AEDA determina apenas a diluição máxima em que um composto volátil pode ser percebido no efluente cromatográfico, enquanto CHARM estima também o impacto das várias diluições do isolado sobre o tempo em que o composto pode ser percebido no efluente cromatográfico. O

aromagrama produzido por AEDA consiste em um gráfico apresentando, na abscissa, os índices de Kováts de cada composto e, na ordenada, os correspondentes valores *FD*.

ACREE e TERANISHI (1993) citam como vantagens de CHARM e AEDA a reprodutibilidade das avaliações. Entretanto, DA SILVA *et al* (1994) alertam que essas técnicas utilizam o princípio de diluições sucessivas e, portanto, fundamentam-se no limiar detecção do composto volátil para estimar sua importância odorífera. Em outras palavras, nessas duas técnicas, o *threshold* é considerado como unidade básica de medida do poder odorífero de um composto. Este conceito contraria conceitos básicos da psicofísica já bem estabelecidos e aceitos no meio científico, e representados pela Lei de STEVENS (STEVENS, 1957; STEVENS e GALANTER, 1957; STEVENS, 1961), segundo a qual a intensidade (*I*) do odor de um composto aumenta com a concentração do mesmo (*C*), conforme a seguinte equação:

Equação 1
$$I = k (C-T)^n$$

Onde *n* é um expoente proporcional ao poder odorífero do composto; *T*, equivale a seu *threshold* e *k* é uma constante de proporcionalidade.

Desta forma, de acordo com a Lei de Stevens, dois compostos apresentando idênticos valores de *threshold* e presentes num mesmo alimento numa mesma concentração provocarão diferentes contribuições à intensidade do aroma ou ao sabor do alimento em função de seus valores *n*. assim, o poder odorífero de um composto em um meio é função de *n* e não somente de seu valor de *threshold* *T*.

Fundamentando-se na Lei de Stevens acima exposta, McDANIEL *et al* (1990) e MIRANDA-LOPEZ *et al* (1992) propuseram uma técnica CGO de tempo-intensidade, à qual intitularam OSME. Nesta técnica, de quatro a cinco julgadores treinados avaliam sensorialmente, em três ou mais repetições, o efluente cromatográfico, descrevendo a qualidade de cada composto volátil que deixa a

coluna e registrando a intensidade do mesmo em uma escala de intensidade. Simultaneamente, o software inserido no computador registra os tempos inicial e final com que cada odor foi percebido, como também a intensidade máxima, o tempo em que esta foi atingida e a área sob a curva de cada pico odorífero. Com base nesses parâmetros, a técnica OSME fornece um aromagrama em que picos com maior intensidade ou maior área sugerem compostos de maior importância odorífera, responsáveis pelo aroma e sabor do produto. Adicionalmente, o aromagrama pode ser diretamente correlacionado com o cromatograma do isolado, permitindo a identificação de compostos de impacto odorífero, ou seja, compostos presentes em baixa concentração no isolado, mas que apresentam picos de alta intensidade odorífera (McDaniel *et al*, 1990; da Silva, 1992). A Figura 1A apresenta o equipamento OSME sendo utilizado por um provador, e a Figura 1B, um aromagrama e seu respectivo cromatograma. O grupo de pesquisa que desenvolveu OSME (DA SILVA *et al*, 1994), ao realizar estudos para avaliar a validade e desempenho da técnica, verificou que, além da técnica permitir interpretação direta dos resultados, a mesma apresenta sólida fundamentação psicofísica. Avaliando soluções modelos, 4 julgadores treinados foram capazes de estabelecer funções psicofísicas significativas ($p < 0,05$) entre a concentração do composto na solução modelo e a intensidade do odor e também entre a concentração do composto e a área sob o pico odorífero.

Uma técnica muito similar a OSME foi proposta por TONDER *et al* (1998), que a intitularam CG Perfil de Odor (*GC Odour Profiling*). Esta metodologia utiliza escala de intensidade variando de 1 a 5, registrando apenas o tempo inicial da percepção do odor. Da mesma forma que em Osme, a técnica fundamenta-se no princípio psicofísico de Stevens e também gera um aromagrama.

Outra metodologia CGO de tempo-intensidade é aquela denominada *Finger Span* (ETIÉVANT *et al*, 1999; GUICHARD *et al*, 1995). Nesta técnica utiliza-se um aparato, através do qual o julgador expressa a intensidade do odor do efluente, abrindo e fechando os dedos indicador e polegar. O aparato é regulado de forma que a abertura máxima desses dois dedos corresponde à intensidade máxima de odor possível.

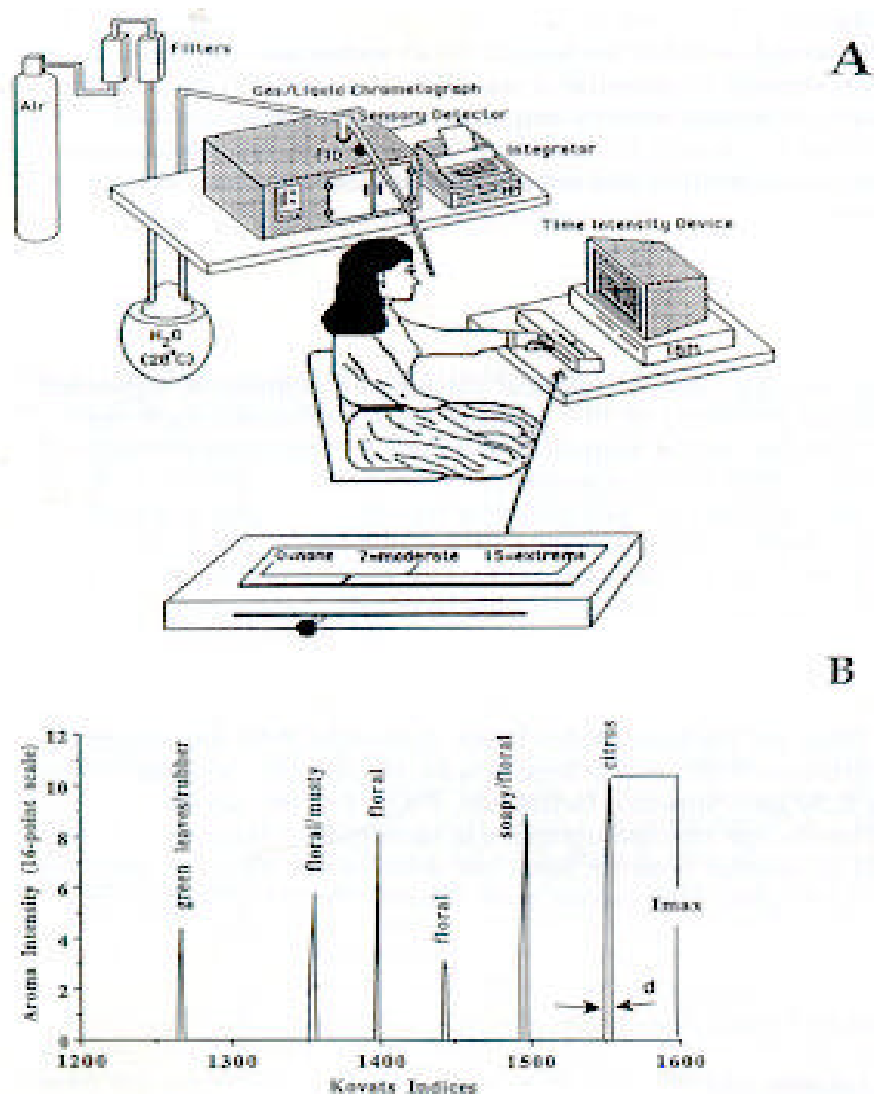


FIGURA 1 Arranjo do cromatógrafo para o uso da técnica Osme (A) e aromagrama obtido através da técnica OSME (B) (Da Silva; Lundhal; McDaniel, 1984).

Uma técnica CGO baseada na freqüência de respostas foi desenvolvida por LINSSEN *et al* (1993), sendo conhecida por OGA (*Olfactometry Global Analysis*). Nesta metodologia, a importância do odor é estimada através da proporção de julgadores da equipe sensorial que consegue detectar cada composto no efluente cromatográfico do isolado. A equipe de julgadores é formada por 10 ou mais indivíduos selecionados e treinados que, durante a avaliação, apertam um botão de um teclado ligado a um computador sempre que percebem um odor no efluente. Não são realizadas repetições. Os parâmetros utilizados na construção do aromagrama representativo da equipe julgadora são: o número de julgadores que perceberam cada odor *versus* os tempos inicial e final de percepção do odor.

Assim, em OGA, quanto maior o número de julgadores que perceberam determinado odor, maior o impacto odorífero no aroma e sabor do alimento.

Pesquisas têm sido realizadas para comparar as diversas técnicas CGO existentes. Uma delas, conduzida por LE GUEN *et al* (2000), comparou as metodologias OGA, OSME e AEDA na identificação dos compostos odoríferos de maior impacto no aroma e sabor de mariscos. Utilizando o coeficiente de correlação de Pearson como critério de comparação entre os três métodos, os autores encontraram correlações positivas entre os mesmos, as quais foram altamente significativas ($p \cong 0,00001$). OSME foi a metodologia que apresentou melhor correlação com as demais técnicas. As maiores diferenças entre as três técnicas foram observadas em compostos de menor importância odorífera, segundo cada método. Em complementação, foram utilizados outros três critérios de comparação entre as metodologias: a precisão dos resultados, a reprodutibilidade dos mesmos e a facilidade de uso. Assim, embora os pesquisadores tenham considerado que as técnicas de detecção de frequência (OGA) e de intensidade de um odor (OSME) tenham apresentado boa correlação, eles observaram que OSME é mais precisa que OGA, pois dois compostos detectados pelo mesmo número de julgadores podem ter intensidades extremamente diferentes, resultando em conclusões distintas quanto às suas importâncias odoríferas. OSME mostrou-se também pouco mais precisa que AEDA, uma vez que compostos de mesmo FD podem apresentar diferença entre suas intensidades, mesmo que não muito acentuadas. Essas constatações confirmam a possibilidade de um odor ter sua importância odorífera subestimada, quando são utilizadas técnicas CGO não fundamentadas na Lei de Stevens (MEILGAARD e PEPPARD, 1986). Com relação à reprodutibilidade, LE GUEN *et al* (2000) comentam que a técnica OGA mascara diferenças entre e intra-indivíduos, uma vez que cada julgador participa de apenas $1/n$ das avaliações que geram o aromagrama final, sendo n o número de julgadores. Desta forma, esse procedimento torna possível que diferentes equipes sensoriais gerem resultados similares. Assim como DA SILVA *et al* (1994), os autores verificaram que os julgadores em OSME geram funções psicofísicas como as mencionadas anteriormente. No entanto, observaram que as respostas de OSME e AEDA são

influenciadas pela qualidade equipe sensorial utilizada. Avaliando a facilidade de uso das três técnicas, os pesquisadores observaram que OGA é a mais fácil de ser utilizada em função do número reduzido de análises e por não haver necessidade de treinamento dos julgadores. Por outro lado, OSME foi considerada a de maior dificuldade de uso devido ao alto número de análises requeridas (4 julgadores x 4 repetições) e necessidade de cuidadoso treinamento dos julgadores. Embora AEDA tenha demandado maior número de corridas cromatográficas, foi considerada de intermediária facilidade de uso, uma vez que conclusões podem ser obtidas através de dados coletados junto a apenas um julgador. Segundo esses pesquisadores, OGA pode ser aplicada quando o tempo para condução da pesquisa for um fator limitante. Em contrapartida, a escolha por OSME é recomendada quando a precisão dos resultados for de extrema importância. Concluindo, os autores recomendaram que a escolha da técnica CGO deva ocorrer em função do objetivo do estudo, da qualidade da equipe sensorial e do tempo disponível para realizar a análise.

VAN RUTH *et al* (2001) também compararam o desempenho das técnicas OGA, OSME e AEDA, utilizando os mesmos oito julgadores nas três metodologias, os quais foram previamente selecionados e treinados. Os julgadores avaliaram os efluentes cromatográficos de uma mistura contendo 8 compostos voláteis odoríferos e seis diluições da mesma, utilizando o seguinte procedimento de forma seqüencial: apertavam um botão no teclado do computador ao detectar um odor e, em seguida, expressavam a intensidade do estímulo numa escala de 9 pontos (1 = extremamente fraco; 9 = extremamente forte), enquanto o mesmo durava. Os três compostos de maior importância foram os mesmos a partir das avaliações utilizando OGA e OSME. No entanto, através de OSME, era possível ordenar a intensidade dos compostos detectados. Utilizando AEDA, esses mesmos três compostos foram aqueles de maior impacto, porém, entre os dois compostos de maior importância, havia uma diferença de 2 diluições, resultando em conclusões distintas das técnicas anteriores. Os resultados de AEDA apresentaram menor correlação com os resultados obtidos através das outras duas técnicas, mesmo que não tenham se mostrado totalmente discordantes daqueles. Em seguida, uma equipe de 10 julgadores avaliou,

utilizando análise descritiva quantitativa, a mistura de compostos odoríferos e também as seis diluições. Os autores reportaram altas correlações destes resultados com aqueles obtidos através de OSME, boas correlações com o método OGA e relataram que o mesmo não ocorreu com os resultados de AEDA. A pesquisa de VAN RUTH *et al* (2001), mais uma vez, evidencia as limitações da técnica AEDA e confirma a boa fundamentação de OSME.

2.2. Aroma e Sabor de Suco de Laranja

A doçura dos açúcares e a acidez dos ácidos orgânicos são comuns a todo suco de laranja. Entretanto, os distintos sabores encontrados num determinado suco dessa fruta podem ser atribuídos à variação dos componentes de óleos essenciais e essências presentes no suco, os quais conferem também distintos aromas (KIMBALL, 1991).

Na indústria de alimentos, óleos essenciais e aromas cítricos têm seu maior emprego junto ao setor de bebidas, sorvetes e condimentos, porém são também utilizados junto a outros setores como balas, bolos, bombons e outros doces. Na indústria cosmética e de perfumaria, os óleos cítricos são utilizados na formulação de cremes, sabonetes e xampus. Na indústria farmacêutica/química, têm sido empregados com maior frequência na fabricação de inseticida e borracha (SHAW, 1991; MATHEWS e BRADDOCK, 1987).

Os aromas cítricos podem ser provenientes de três diferentes subprodutos obtidos do processamento do suco de laranja: óleo essencial presente na casca da laranja; essência aquosa e essência oleosa, provenientes do próprio suco (BETTINI, 1995).

Estudos têm revelado que o aroma cítrico descrito como *laranja fresca* é o resultado de uma mistura complexa de compostos voláteis provenientes tanto do óleo essencial, como das essências aquosa e oleosa, presentes naturalmente no suco da fruta, sendo fundamental a readição equilibrada desses voláteis ao suco processado para que o mesmo apresente a nota característica de aroma e sabor

de fruta fresca (GARCIA, 2000; BETTINI *et al*, 1998; SHAW e MOSHONAS, 1997; BETTINI, 1995; BAZEMORE, 1995; MOSHONAS e SHAW, 1990a; MOSHONAS e SHAW, 1983; SHAW, 1977a).

Na laranja, o óleo essencial está contido em vesículas localizadas no flavedo, que é a parte externa e colorida da casca da fruta. Ao serem perfuradas, as vesículas liberam o óleo (REDD e HENDRIX JR., 1993; KIMBALL, 1991; MATHEWS e BRADDOCK, 1987).

Existem vários processos para obtenção industrial do óleo essencial, porém, no Brasil, predomina o uso da tecnologia das extratoras FMC *in-line*, através da qual as extrações de óleo e suco de laranja ocorrem simultaneamente. Cada extratora contém um conjunto de cinco extratores, os quais são formados por dois copos, inferior e superior, em forma de dedos que se interpenetram comprimindo a laranja inteira. Durante a compressão da laranja, as vesículas de óleo são rompidas e o óleo é liberado e arrastado por um jato de água, formando uma emulsão que é conduzida ao sistema de filtração. Este ocorre primeiramente em peneiras, para retenção de partículas maiores da casca e, em seguida, em equipamento denominado *finisher*, para remoção das partículas menores, denominadas bagacilho. Isenta daqueles sólidos insolúveis, a emulsão é conduzida a um sistema de centrifugação, para remoção dos sólidos mais finos, a 5.000 rpm, e para polimento, entre 6.000 a 7.000 rpm. Finalmente, o óleo essencial é mantido em tanques altos e estreitos, construídos em aço inoxidável, à 0°C, para que ocorra a sedimentação das ceras. Pelo fato de todo o processo de obtenção do óleo essencial de laranja se realizar sem o uso de calor, esse subproduto da laranja é também conhecido como óleo prensado a frio (*cold pressed oil*) (QUEIROZ e MENEZES, 2005; REDD e HENDRIX JR., 1993). A variação do rendimento da produção de óleo essencial de laranja ocorre em função do sistema de recuperação e da variedade da fruta, flutuando entre 1,5 e 6,5 kg/ton, que é equivalente, em média, a 0,27% da laranja (BOVILL, 1996; MATHEWS e BRADDOCK, 1987).

Por sua vez, durante o processo de concentração do suco de laranja, principalmente nos primeiros 25% dessa etapa, muitos compostos responsáveis pelo sabor natural do suco são removidos juntamente com a água. Entretanto, há décadas que 90 a 95% desses compostos voláteis podem ser recuperados através de um sistema de destilação-condensação denominado unidade de recuperação de essência, o qual é acoplado ao segundo estágio do evaporador TASTE – *Thermally Accelerated Short Time Evaporation* – equipamento normalmente utilizado para concentração do suco de laranja nas indústrias cítricas brasileiras. Nesse sistema, a recuperação dos voláteis ocorre em três etapas, a saber: a geração do vapor de essência, a separação do vapor d'água da mistura de voláteis odoríferos e, finalmente, a condensação dos voláteis, que passa a se chamar essência. Esta é então destinada a um tanque de separação, do qual resulta uma porção hidrossolúvel e outra, lipossolúvel. A primeira é conhecida como essência aquosa ou *water phase* ou ainda como aroma, e a porção lipossolúvel, como essência oleosa ou *oil phase* (REDD e HENDRIX JR., 1993; JOHNSON e VORA, 1983). O rendimento médio de essência aquosa a partir da laranja é de 0,11% e de essência oleosa, 0,03% (BOVILL, 1996).

2.2.1. Composição Química e Características Sensoriais de Óleos e Essências Cítricas

É vasta a literatura científica internacional sobre a composição de óleos e essências cítricas. Porém, é restrita (AMADOR, 1998; CORTELAZZI, 1995; MOSHONAS e SHAW, 1990a) a literatura envolvendo estudos de composição de óleos e essências provenientes de laranjas brasileiras. Após ampla revisão bibliográfica, a Tabela 1 foi elaborada de forma a relacionar os compostos voláteis até o momento identificados no óleo essencial e nas essências aquosa e oleosa de laranja de diversas origens e variedades da espécie *Citrus sinensis*.

TABELA 1. Compostos voláteis identificados em óleo essencial e essências aquosa e oleosa de laranja (*Citrus sinensis*), e respectivas referências bibliográficas que os reportaram.

Composto	Referências Bibliográficas *		
	Óleo Essencial	Essência Oleosa	Essência Aquosa
Acetal (1,1-dietoxietano)		6, 10, 22, 23	6, 7, 9, 10, 18, 19, 21, 34, 48
Acetaldeído	14, 56, 60	23	5, 6, 7, 9, 10, 13, 18, 19, 21, 25, 26, 34, 35, 36, 43, 48, 50, 53, 54, 65
Acetato de bornila	2, 3, 55		
Acetato de citronelila	2, 4, 24, 55, 56		34
Acetato de decila	2, 3, 4, 55		
Acetato de etila		6,7,10, 22, 23	6, 7, 10, 18, 19, 25, 35, 48, 50, 53, 65
Acetato de geranila	1, 2, 4, 24, 55		
Acetato de heptila	3		
Acetato de hexila	3		
Acetato de hidrato de <i>trans</i> -sabineno	3		
Acetato de linalila	1, 4, 24, 55		36, 42
Acetato de 1,8-mentadien-9-ila	30	12, 23	
Acetato de nerila	2, 3, 4, 24		
Acetato de nerolidila	1		
Acetato de nonila	2		
Acetato de octila	2, 3, 24, 30, 55	12	35, 48
Acetato de perilila	1, 30		
Acetato de α -terpenila	2		
Acetato de terpenila	3, 4, 55, 56		34, 50, 53
Acetona	15	6, 22, 23, 32	6, 7, 19, 21, 26, 34, 36, 43, 48, 50, 53, 56, 65
Ácido acético	57, 63		36, 42, 47, 56
Ácido butírico			36, 42, 56
Ácido decanóico	63		36, 47
Ácido dodecanóico	1		
Ácido fórmico	57, 63		36, 42, 47, 65

TABELA 1. (Continuação) Compostos voláteis identificados em óleo essencial e essências aquosa e oleosa de laranja (*Citrus sinensis*), e respectivas referências bibliográficas que os reportaram.

Ácido hexanóico	57		36, 42, 47
Ácido 4-etilpentanóico			36, 47
Ácido isovalérico			36, 47
Ácido n-nonanóico	1		
Ácido octanóico	57, 63		36, 42, 47
Ácido propiônico			36, 42, 47
Ácido undecanóico	1		
Ácido valérico			36, 47
Álcool n-amílico			13
Álcool isoamílico (Isopentanol)		10	5, 6, 7, 13, 18, 19, 21, 25, 35, 42, 43, 47, 48, 65
Antranilato de dimetila			34, 50, 53
Antranilato de metila	64		
aromadendreno	1		
Benzaldeído			25, 35
Benzeno	15		18, 48
Etil-Benzeno			48
biciclogermacreno	3		
Bifenil			35, 48
<i>Cis</i> - α -bisaboleno	3		
β -bisaboleno	3		
<i>Cis</i> - γ -bisaboleno	3		
α -bisabolol			
Borneol	2, 55		
Butanoato de etila			5
1-butanol			6, 7, 18, 25, 35, 36, 42, 43, 47,
2-butanol			36
2-metil-1-butanol			7, 25
Butanona			26, 48
Butiraldeído			26, 48
α -etilbutiraldeído			34, 36, 50, 53
Butirato de butila			42

TABELA 1. (Continuação) Compostos voláteis identificados em óleo essencial e essências aquosa e oleosa de laranja (*Citrus sinensis*), e respectivas referências bibliográficas que os reportaram.

Butirato de citronelila			36, 42
Butirato de etila		6, 7, 10, 22, 23, 32	6, 7, 9, 10, 13, 18, 19, 21, 25, 34, 35, 36, 42, 43, 48, 50
2-metilbutirato de etila		10	25
Butirato de geranila	55		
Butirato de metila		7, 10, 22, 23	6, 7, 18, 19, 21, 25, 35
Butirato de 2-metilbutila	3		
Butirato de octila	56		34, 50
Cadineno	3, 24, 39, 40		
δ -cadineno	2		
γ -cadineno	2		
canfeno	2, 3, 4, 24, 39, 40, 49		
canferenol	3		
Cânfor	2, 3		
Carbonato de dietila			25
δ -3-careno	2, 3, 4, 39		36, 43, 50, 53
Cariofileno	16, 24, 39, 40	32, 40	35
α -cariofileno (α -humuleno)	2, 3, 4, 16, 24, 39, 40	40	
β -cariofileno (β -humuleno)	1, 2, 3, 4, 11, 24, 39, 40, 49	12, 40	
<i>Cis</i> -carveol	1, 2, 4, 41	12, 22, 23	19
<i>Trans</i> -carveol	1, 4, 41, 56	6, 12, 22, 23, 32	9, 13, 19, 35, 36, 42, 43, 47, 50, 53
Carvona	3, 24, 30, 55, 56	6, 7, 12, 22, 23, 32	5, 19, 20, 21, 34, 35, 36, 42, 43, 48, 50, 53, 54
<i>Cis</i> -carvona	1		
<i>Trans</i> -carvona	1		
α -cedreno	1		
Cedrol	1		
Ciclohexano			48
Metil ciclohexano		32	
Metil ciclopentano		23, 32	48

TABELA 1. (Continuação) Compostos voláteis identificados em óleo essencial e essências aquosa e oleosa de laranja (*Citrus sinensis*), e respectivas referências bibliográficas que os reportaram.

p-cimeno	1, 2, 4, 39, 40, 49, 51, 55, 56	12, 32	9, 34, 36, 42, 50, 53
1,8-cineole	1		
Citronelal	2, 3, 4, 8, 11, 16, 24, 30, 56	6, 7	20, 34, 35, 36, 42, 43, 53
Citral	14, 29, 55, 57, 61, 62, 64		
β - Citronelal	1		
Citronelol	2, 4, 24, 41	12, 23, 32	20, 21, 34, 36, 42, 43, 47, 48, 50, 53
β -Citronelol	3		
α -copaeno	2, 4, 24, 39, 40, 49	12, 32, 40	
β -copaeno	11, 16, 24, 39, 40	12, 23, 40	
α - cubebeno	4, 24, 39, 40		
β - cubebeno	1, 2, 3, 24, 39, 40	12, 23, 40	
Cuminaldeído	1		
Decanal	1, 2, 3, 4, 8, 11, 14, 16, 24, 29, 30, 55, 56, 57, 62, 63, 64	6, 7, 10, 12, 23	5, 9, 18, 20, 34, 35, 36, 42, 43, 48, 50, 53
Decanoato de etila			36, 42
Decanol	3, 4, 41, 55, 56	12, 32	36, 42, 43, 47, 53
γ -Decanolactona			35
2-decanona	56		
2-decenal	58		
1,1-dietoxipropano		10	
dihidrocarveol	1,		
Dodecanol	41	12, 32	
Dodecanal	1, 2, 4, 8, 11, 14, 16, 24, 29, 30	12, 23	
2-Dodecenal	55, 56, 58		
β -elemeno	2, 4, 16, 24, 39, 40, 46	12, 22, 23, 40	
δ -elemeno	1, 3		
Elemol	41	12	
β -elemol	1, 3		
Epóxido de <i>trans</i> -cariofileno	1		

TABELA 1. (Continuação) Compostos voláteis identificados em óleo essencial e essências aquosa e oleosa de laranja (*Citrus sinensis*), e respectivas referências bibliográficas que os reportaram.

Etanol	1	6, 7, 10, 22 23	5, 6, 7, 9, 10, 13, 18, 19, 25, 34, 35, 36, 42, 43, 47, 48, 50, 53, 56, 65
2-Feniletanol			65
Etil sec-butil éter			48
1,1-etoximetoxietano			19
Eugenol	1		
Farneseno	16, 24, 39, 40, 49	40	
α -farneseno	2, 3		
(<i>trans,trans</i>)- α -farneseno	1, 3		
β -farneseno	3, 11		
<i>Cis</i> - β -farneseno	2, 3		
<i>Trans</i> - β -farneseno	4		
Farnesol	64		
<i>Cis, trans</i> -farnesol	1		
α -felandreno	1, 2, 3, 39, 40, 49, 55	6	36
β -felandreno	1, 3, 4, 11		36
Formato de etila			18, 34, 48, 50, 65
Formato de geranila	55		
Formato de terpenila			36, 42
Furfural	55		34, 50, 54, 56
Geraniato de metila	3		
Geranial (<i>trans</i> -citral)	1, 2, 3, 4, 8, 11, 14, 16, 24, 29, 30	6, 7, 10, 12, 23	5, 6, 7, 9, 21, 34, 35, 36, 42, 43, 50, 53, 54
Geraniol	2, 3, 4, 41, 64	12	9, 21, 34, 36, 42, 43, 47, 50, 53, 65,
Germacreno D	1, 2, 3, 4		
Globulol	1		
Heptanal	30	23	
Heptano		22, 23	
Heptanol	1, 41		18, 19
3-heptenol	55		34, 36, 43
Metilheptenol			36, 42, 47, 50

TABELA 1. (Continuação) Compostos voláteis identificados em óleo essencial e essências aquosa e oleosa de laranja (*Citrus sinensis*), e respectivas referências bibliográficas que os reportaram.

Metilheptona	30, 37		36, 42, 43
α -heptil- β -heptil-acroleína	30, 33		
α -heptil- β -nonil-acroleína	30, 33		
Hexadecanal	14		
Hexanal	14, 30, 56	6, 10, 22, 23	5, 6, 9, 10, 13, 18, 19, 20, 21, 25, 34, 36, 43, 48, 50, 53, 54
2-etilhexanal			34
3-etoxihexanal			18
<i>Trans</i> -2-hexanal			10
hexano		22, 23	48
hexanoato de etila			36, 48
3-hidroxihexanoato de etila			21, 35, 48
hexanoato de metila			25, 35
2-etilhexanoato de metila	56		
3-hidroxihexanoato de metila			48
1-hexanol	52, 56		9, 13, 18, 19, 21, 25, 35, 36, 42, 43, 47, 48, 50, 53
2-hexanol			34
Isohexanol			47
2-hexenal			19, 20, 21, 25, 34, 35, 36, 42, 43, 50, 53, 54
<i>Trans</i> -2-hexenal		7, 10	5, 6, 7, 9, 13
3-hexenol	56	10	9
<i>Cis</i> -3-hexenol			5, 6, 13, 18, 19, 21, 35, 36, 42, 43, 47, 48, 50, 53
<i>Trans</i> -2-hexenol		7	6, 7, 35, 48
α -hexil- β -heptil-acroleína	30, 33		
α -hexil- β -nonil-acroleína	30, 33		
α -hexil- β -octil-acroleína	30, 33		
<i>Cis</i> -hidrato de sabineno	2, 3		
<i>trans</i> -hidrato de sabineno	1, 2		

TABELA 1. (Continuação) Compostos voláteis identificados em óleo essencial e essências aquosa e oleosa de laranja (*Citrus sinensis*), e respectivas referências bibliográficas que os reportaram.

Ácido sulfídrico			56
3-hidroxihexanoato de etila		6, 7	6, 7, 9, 13
Indol	3		
Intermedeol		12	
Isoborneol	4		
Isobutanol (2-metilpropanol)			6, 7, 18, 19, 25, 35, 42, 43, 47
Isobutirato de etila			25
Isopentanoato de etila	56		
Isopulegol	3, 64		
Isopreno	15	23	
Isovalerato de metila			50
Isovalerato de octila			50
Limoneno (d-Limoneno)	1, 2, 3, 4, 11, 15, 16, 24, 29, 30, 39, 49, 51, 55, 56, 57, 63, 64	6, 12, 17, 22, 23, 32, 40	6, 9, 10, 13, 18, 19, 20, 21, 25, 34, 35, 36, 42, 43, 48, 50, 53
δ-limoneno		10	
dióxido de α-limoneno	1		
Linalol	1, 2, 3, 4, 11, 24, 41, 55, 56, 63, 64	6, 7, 10, 12, 17, 22, 23	5, 6, 7, 9, 13, 18, 19, 20, 21, 35, 36, 42, 43, 47, 48, 50, 53
Malonaldeído			27, 28
Mentona	3		
Metano			48
Metanol	56	6, 7	5, 6, 7, 9, 10, 13, 19, 25, 34, 35, 36, 43, 47, 50, 53, 56
Clorometano			48
Mirceno	1, 2, 3, 4, 11, 15, 16, 24, 29, 39, 40, 49, 51, 55, 56	6, 7, 10, 12, 17, 23, 32, 40	5, 18, 20, 25, 34, 35, 36, 42, 43, 48, 50, 53
Mirceno epóxido	1		
γ-muuroleno	2		
Neral (<i>cis</i> -citral)	1, 2, 3, 4, 8, 11, 14, 16, 24, 29, 30, 55	6, 7, 10, 23	5, 6, 7, 9, 18, 20, 34, 36, 42, 43, 47, 50, 53

TABELA 1. (Continuação) Compostos voláteis identificados em óleo essencial e essências aquosa e oleosa de laranja (*Citrus sinensis*), e respectivas referências bibliográficas que os reportaram.

Nerol	2, 4, 24, 41, 64	12	19, 34, 36, 42, 43, 47, 50, 53
Nerolidol	4		
Cis-nerolidol	1, 2		
Trans-nerolidol			
Nonanal	1, 2, 3, 4, 8, 11, 24, 29, 30, 60, 64	6, 7, 17, 23	5, 9
Nonano		32	
Nonanol	41, 55, 60, 64	12, 23, 32	36, 42, 43, 47, 50, 53
2- Nonanol			47, 50, 53
nootkateno	31	12	
<i>nootkatone</i>	1, 2, 3, 8, 11, 24, 30	12	20
Ocimeno		6	
Cis- β -ocimeno	1, 2, 3, 4		
Trans- β -ocimeno	2, 3, 4		
Octadecanal	1		
Octadecano	3		
Octanal	1, 2, 3, 4, 8, 11, 14, 15, 24, 29, 30, 56, 59, 64	6, 7, 10, 12, 17, 22, 23	5, 6, 7, 9, 13, 18, 19, 20, 21, 25, 34, 35, 36, 42, 43, 50, 53, 54
Octano		32	
Octanoato de etila			34, 35, 36, 42, 43, 48, 50, 53, 65
Octanoato de metila			34
Octanol	1, 2, 3, 4, 11, 41, 55, 56, 57, 63	6, 7, 12, 23, 32	6, 7, 9, 13, 19, 21, 35, 36, 42, 43, 47, 48, 50, 53
2-octanona			53
2-octenal			36, 50, 53, 54
α -octil- β -heptil-acroleína	30, 33		
α -octil- β -octil-acroleína	30, 33		
Óxido de cariofileno	4		
Óxido de carvona	1		
<i>Cis</i> -óxido de limoneno	1, 2, 3, 4, 30		18, 36, 43
<i>trans</i> -óxido de limoneno	1, 2, 4, 30		18, 36, 43

TABELA 1. (Continuação) Compostos voláteis identificados em óleo essencial e essências aquosa e oleosa de laranja (*Citrus sinensis*), e respectivas referências bibliográficas que os reportaram.

Óxido de linalol			6, 21, 36, 43
<i>Cis</i> -óxido de linalol	1		9, 13, 21, 36, 43
<i>Trans</i> -óxido de linalol	1	12	9, 13
Óxido de α -pineno	1		
2-metilpentano			48
3-metilpentano			48
1-Pentanol			19, 36, 42, 43, 47, 50, 53
2-Pentanol			36
2-pentanona			25, 26
4-metil-2-pentanona			48
<i>Trans</i> -2-pentenal			9, 19
3-Pentenol			5
1-penten-3-ol			6, 7, 13, 18, 19, 35
1-penten-3-ona		7, 22, 23	6, 7, 19
Perilaldeído	1, 2, 3, 4, 8, 16, 30	6, 7, 12, 23, 32	6, 9, 19, 35, 48
Perileno	1		
Perilol	1, 3		
α -pineno	1, 2, 3, 4, 11, 15, 16, 24, 29, 39, 40, 49, 51	6, 7, 10, 12, 17, 22, 23, 32, 40	18, 20, 25, 34, 36, 42, 43, 50, 53
β -pineno	1, 2, 3, 4, 51		18, 34, 36, 42, 43
<i>Cis</i> -piperitol	1,		
Piperitenona	30, 37	12, 23, 32	19
Piperitona	2		
1-Propanol		10	6, 7, 10, 25, 35, 36, 42, 43, 47, 48, 50
Propionaldeído			18
Propionato de etila		10, 22, 23	19, 25, 36
Propionato de linalila	3		
Sabina cetona	1		
Sabineno	1, 2, 3, 4, 11, 15, 24, 29, 39, 40, 49, 51	6, 7, 10, 22, 23, 32, 40	
<i>Cis</i> - β -santaleno	2		

TABELA 1. (Continuação) Compostos voláteis identificados em óleo essencial e essências aquosa e oleosa de laranja (*Citrus sinensis*), e respectivas referências bibliográficas que os reportaram.

<i>Epi</i> - α -selineno	31	12	
α -sinensal	1, 2, 3, 4, 8, 11, 16, 24, 30, 38	12	
β -sinensal	1, 2, 3, 4, 8, 11, 16, 24, 30, 44	12	
α -terpineno	1, 2, 39, 40		36, 50, 53
β -terpineno	39, 40		
γ -terpineno	1, 2, 4, 49, 51, 55		25, 36, 42, 43, 50, 53
α -terpineol	1, 2, 3, 4, 11, 24, 41, 56, 64	6, 12, 23, 32	5, 6, 7, 9, 13, 19, 20, 21, 34, 35, 36, 42, 43, 47, 48, 50, 53, 65
4-terpineol	1, 2, 3, 4		5, 6, 7, 9, 13, 19, 21, 34, 35, 36, 42, 43, 47, 48, 50
Terpinoleno	1, 2, 3, 4, 39, 40, 64		25, 36, 50, 53
Tetradecanal	1, 2, 14		
Tetradecano	3		
Timol			9
Tolueno			48
Triciclono	2		
Tridecanal	2, 4		
α -Tujeno	2, 3, 4, 39, 40, 49, 56		25
Undecanal	1, 2, 4, 24, 29, 30, 55		34, 36, 43, 50, 53
<i>Trans</i> -2-undecanal	4		
Undecanol	41	32	
Valenceno	2, 3, 4, 11, 16, 24, 39, 40	6, 7, 10, 12, 23, 32, 40	18, 20, 34, 35
Viridiflorol	1		
<i>m</i> ou <i>p</i> -xileno			48
<i>o</i> -Xileno			48
Deca-2,4-dienal	4		
2,3-dimetil-3-(4-metil-3-pentenil)-2-norbonanol	3		

TABELA 1. (Continuação) Compostos voláteis identificados em óleo essencial e essências aquosa e oleosa de laranja (*Citrus sinensis*), e respectivas referências bibliográficas que os reportaram.

1,4,7,10,13,16-hexa-oxa-ciclooctadecano	1		
p-menta-1-en-9-al	1		
2,4-p-mentadiene	39, 40, 45		
1,8-p-mentadiene-1-ol	41		
1,8-p-mentadien-9-ol		12, 23	19, 21
<i>Cis</i> -p-2,8-mentadien-1-ol	41	6, 12, 22, 23	19
<i>Trans</i> -p-2,8-mentadien-1-ol	1, 41	12, 22, 23	13,19, 21
8-p-menten-1,2-diol	41	23	21
1-p-mentene-9-ol	41		
3-metil-1-butene	15		
2-metil-3-buten-2-ol			6, 19, 25, 35, 48
p-metil-iso-propenil-benzeno	49		
6-metil-5-hepten-2-ona	2, 3		
<i>Trans,cis</i> -2,6-nonadien-1-ol	1		
1,4,7,10,13-pentaoxa-ciclopentadecano	1		
1,4,7,10-tetraoxa-ciclododecano	1		

*Referências bibliográficas listadas: 1 – NJOROGÉ *et al*, 2005; 2 – VERZERA *et al*, 2004; 3 - MINH TU *et al*, 2002; 4 – MITIKU *et al*, 2000; 5 - BAZEMORE, 1995; 6 - MOSHONAS e SHAW, 1990a; 7 - SHAW *et al*, 1990; 8 - BERRY, 1985; 9 - MOSHONAS e SHAW, 1984; 10 - JOHNSON e VORA, 1983; 11 - VORA *et al*, 1983; 12 - MOSHONAS e SHAW, 1979; 13 - LUND e BRYAN, 1977; 14 - BRADDOCK e KESTERSON, 1976; 15 - SHAW e COLEMAN (1975 apud SHAW 1977a); 16 - SHAW e COLEMAN, 1974; 17 - COLEMAN e SHAW (1974 apud SHAW 1977a); 18 - SHAW e MOSHONAS (1974 apud SHAW 1977b); 19 - MOSHONAS e SHAW, 1973; 20 - ASKAR *et al*, 1973; 21 - MOSHONAS *et al*, 1972; 22 - SHAW e COLEMAN, 1971; 23 - COLEMAN e SHAW, 1971; 24 - ZIEGLER (1971 apud SHAW 1977a); 25 - SCHULTZ *et al*, 1971; 26 - DINSMORE e NAGY, 1971; 27 - BRADDOCK e PETRUS, 1971a; 28 - BRADDOCK e PETRUS (1971b apud SHAW 1977a); 29 - LIFSHITZ *et al*, 1970; 30 - MOSHONAS e LUND, 1970; 31 - LUND *et al*, 1970; 32 - COLEMAN *et al*, 1969; 33 - MOSHONAS e LUND, 1969; 34 - RYMAL *et al*, 1968; 35 - SCHULTZ *et al*, 1967; 36 - WOLFORD e ATTAWAY, 1967; 37 - MOSHONAS, 1967; 38 - FLATH *et al* (1966 apud SHAW 1977a); 39 - HUNTER e BROGDEN JR., 1965a; 40 - HUNTER e BROGDEN JR., 1965b; 41 - HUNTER e MOSHONAS, 1965; 42 - ATTAWAY e WOLFORD (1965 apud SHAW 1977b); 43 - WOLFORD *et al* (1965 apud SHAW 1977b); 44- STEVENS *et al*, 1965; 45 - HUNTER e BROGDEN, 1964; 46 - HUNTER e PARKS, 1964; 47 - ATTAWAY *et al*, 1964; 48 - SCHULTZ *et al*, 1964; 49 - TERANISHI *et al*, 1963; 50 - WOLFORD *et al*, 1963; 51 - IKEDA *et al*, 1962; 52 - KESTERSON e HENDRICKSON (1962 apud SHAW 1977a); 53 - WOLFORD *et al*, 1962; 54 - ATTAWAY *et al*, 1962; 55 - BERNHARD, 1961; 56 - KIRCHNER e MILLER, 1957; 57 - SCHWEISHEIMER (1955 apud SHAW 1977a); 58 - NAVES (1947 SHAW 1977a); 59 - BENEZET e IGOLEN (1946 apud SHAW 1977a); 60 - FOOTE e GELPI (1943 apud SHAW 1977a); 61 -

GUENTHER e GRIMM, 1938; 62 - NELSON e MORTTEN, 1934; 63 - POORE (1932 apud SHAW 1977a); 64 - NAVES (1932 apud SHAW (1977a); 65 - HALL e WILSON, 1925.

Dentre os subprodutos da laranja utilizados na elaboração de aromas, sem dúvida, o óleo essencial é o mais estudado, tendo sido identificados em sua composição cerca de 220 compostos até o momento. De modo geral, esse subproduto da laranja contém predominantemente (96%) hidrocarbonetos terpênicos, dentre os quais, o d-limoneno encontra-se em maior proporção. O óleo essencial contém também cerca de 1,6% de aldeídos, principalmente octanal e decanal; 0,8% de álcoois, notadamente, linalol; 0,3% de ésteres, dentre os quais destacam-se os acetatos de nerila e octila; e, 1% de compostos não voláteis, dentre os quais encontram-se carotenóides, tocoferóis, flavonóides, hidrocarbonetos, ácidos graxos e esteróis (GAFFNEY *et al*, 1996; MATTHEWS E BRADDOCK 1987; SHAW, 1977a). Apesar de estar em alta concentração no óleo essencial, o impacto odorífero do limoneno no aroma do óleo é comparável ao de muitos voláteis presentes no produto em muito menores concentrações (GARCIA, 2000).

A literatura revela variações entre as composições de óleos essenciais de diferentes laranjas, as quais ocorrem em função da origem e da variedade da fruta, bem como do método de obtenção do óleo (NJORGE *et al*, 2005b). Obviamente, as variações na sua composição provocam diferenças no aroma do óleo. De fato, é notório que, ao se cheirar um óleo essencial cítrico, é possível reconhecer ao menos a espécie da fruta que o originou. Segundo NAGY e SHAW (1990), é o óleo essencial que fornece ao suco o aroma e sabor característicos da variedade cítrica de cuja fruta o óleo foi extraído.

Dentre os compostos voláteis presentes no óleo essencial, há aqueles de alto ponto de ebulição que conferem ao aroma desse óleo cítrico uma nota pesada (MOSHONAS e SHAW, 1979; SHAW, 1977a).

Uma característica dos terpenos é sua alta susceptibilidade em oxidar-se em presença de ar, resultando no desenvolvimento de sabores indesejáveis ao suco (MATTHEWS E BRADDOCK, 1987; VORA *et al*, 1983). Por outro lado, os

carotenóides e tocoferóis presentes na porção não volátil do óleo essencial, são considerados antioxidantes naturais que evitam a auto-oxidação dos terpenos [SHAW 1977a; INAGASKI *et al* (1968 apud WATERS *et al*, 1976); NEWHALL e TING, 1965]. Assim, para aumentar a estabilidade do óleo essencial, a indústria pode remover os terpenos, geralmente através de processo de destilação fracionada a vácuo. Adicionalmente, o óleo essencial submetido a esse processo torna-se mais solúvel no suco, bem como passa a contribuir com aroma e sabor mais suaves em razão do aumento do teor de compostos oxigenados, especialmente os aldeídos, e da perda da adstringência normalmente causada pelos terpenos [REDD e HENDRIX JR., 1993; REDD (1988 apud REDD e HENDRIX JR., 1993); MATTHEWS E BRADDOCK, 1987; VORA *et al*, 1983].

A essência aquosa é uma mistura complexa constituída predominantemente de etanol (94 a 96%), bem como por aldeídos, ésteres, cetonas, ácidos orgânicos, hidrocarbonetos e outros álcoois (REDD e HENDRIX Jr., 1993; MOSHONAS e SHAW, 1990a; SHAW, 1977b). Conforme pode ser observado na Tabela 1, além do etanol, até o momento, cerca de 150 compostos voláteis já foram identificados na essência aquosa de laranja (*Citrus sinensis*).

A essência oleosa contém a maioria dos compostos voláteis lipossolúveis responsáveis pelo sabor do suco de laranja, os quais são também encontrados tanto no óleo essencial como na essência aquosa (MOSHONAS e SHAW, 1990a; 1979; SHAW, 1977b). Conforme pode ser observado na Tabela 1, até o presente momento, aproximadamente 80 compostos voláteis já foram identificados na essência aquosa de laranja (*Citrus sinensis*), entre álcoois, aldeídos, cetonas, ésteres e hidrocarbonetos.

As essências cítricas possuem duas propriedades em comum, quais sejam: baixa estabilidade devido à ausência de antioxidantes naturais, como os carotenóides e tocoferóis encontrados no óleo essencial; e, notas de aroma frutal e floral características de suco fresco e mais suaves que o aroma do óleo essencial (REDD e HENDRIX Jr., 1993; MOSHONAS e SHAW, 1979; SHAW, 1977a e 1977b).

MOSHONAS e SHAW (1979) avaliaram a composição de voláteis e o aroma de essências oleosas provenientes de laranjas em várias fases de maturação. Os autores verificaram aumento das concentrações de compostos de alto ponto de ebulição com o aumento do grau de maturação da fruta, que resultou no aumento de uma nota pesada no aroma do suco e simultânea redução do aroma de fruta fresca.

Da mesma forma que o óleo essencial, tanto a essência aquosa como a oleosa podem ser submetidas a processo de fracionamento, com vistas a obter frações com maior poder odorífero e melhor estabilidade durante a estocagem (BETTINI, 1995; REDD e HENDRIX JR., 1993; MOSHONAS e SHAW, 1990b; COLEMAN e SHAW, 1971). Frações destiladas obtidas das essências aquosa e oleosa podem ser misturadas ao óleo essencial integral ou concentrado, resultando em um produto com melhor estabilidade devido aos carotenóides e tocoferóis do óleo essencial e com características sensoriais desejáveis para o enriquecimento do suco de laranja (REDD e HENDRIX JR., 1993).

MOSHONAS e SHAW (1990b) prepararam essências aquosas com vários graus de concentração (12 a 50% em etanol), as quais foram avaliadas sensorialmente e por cromatografia gasosa. Os pesquisadores verificaram diferenças quantitativas entre os compostos voláteis das diferentes essências, as quais, obviamente, se refletiram em aromas e sabores distintos quando adicionados ao suco reconstituído embalado assepticamente. No entanto, todas as essências apresentavam a nota de aroma frutal, responsável pelo aroma e sabor de fruta fresca. Em complementação, foi observado que, com o aumento do teor de etanol na essência aquosa, ocorria melhor solubilização de seus compostos voláteis lipossolúveis (α -pineno, mirceno, ocimeno, p-cimeno, nonanal, decanal, hexanoato e octanoato de etila e valenceno). Nesse estudo, foi identificada uma série de 8 compostos acetais, os quais são considerados artefatos formados no meio ácido do suco, a partir de etanol e aldeídos de cadeia linear. Um desses compostos é freqüentemente encontrado em essências aquosas comerciais; os demais, apenas em essências aquosas apresentando teor

alcoólico superior a 25%. Os autores observaram uma vantagem nas essências mais concentradas: a significativa redução de volume, resultando na necessidade de menor espaço para estocagem e facilidade na manipulação.

Como pode ser observado, a determinação do perfil de voláteis dos óleos e essências cítricas, evidentemente, é bastante explorada até os dias atuais. Entretanto, além de reduzido número, ainda não foram suficientemente esclarecedoras as pesquisas que buscaram elucidar quais desses compostos efetivamente contribuem ao aroma e sabor de laranja. Sabe-se que esse aroma e sabor não provêm de um único composto volátil, como ocorre com alguns frutos cítricos, como toranja, limão e lima (SHAW, 1991). Pelo contrário, o aroma cítrico fresco é o resultado de uma mistura complexa de compostos voláteis provenientes tanto do óleo essencial, como das essências aquosa e oleosa (GARCIA, 2000; BETTINI *et al*, 1998; SHAW e MOSHONAS, 1997; BETTINI, 1995; BAZEMORE, 1995; MOSHONAS e SHAW, 1990a; MOSHONAS e SHAW, 1983; SHAW, 1977a).

Somente a partir da segunda metade da década de 90, as técnicas CGO começaram a ser aplicadas para se determinar a importância odorífera dos compostos voláteis de produtos cítricos. Até então, várias pesquisas [AHMED *et al*, 1978; SHAW e COLEMAN, 1974; RADFORD *et al*, 1974; DOUGHERTY e AHMED (1973 apud SHAW, 1977a); MOSHONAS e SHAW, 1973; WRIGHTSON (1972 apud SHAW, 1977a); SCHINNELLER (1972 apud SHAW, 1977a); ZIEGLER, 1971] haviam sido conduzidas utilizando procedimentos que consistiam na avaliação sensorial de soluções modelo contendo mistura de compostos anteriormente identificados em óleos e essências cítricas e/ou realizando-se avaliação sensorial de suco de laranja enriquecido com um ou mais padrões desses compostos. Embora essas pesquisas fossem bastante laboriosas, as mesmas produziram resultados de baixa utilidade, uma vez que as soluções utilizadas não eram representativas da complexidade da composição dos óleos e essências de laranja e desconsideravam possíveis efeitos sinérgicos que pudessem ocorrer entre os compostos estudados e outros não utilizados nas pesquisas.

Um dos primeiros estudos a avaliar a importância odorífera dos compostos voláteis presentes em óleos e essências de laranja, através de uma metodologia CGO, foi conduzido por BAZEMORE (1995). Utilizando a técnica Osme, o pesquisador avaliou a importância odorífera dos compostos voláteis presentes tanto na essência aquosa (*water phase*) de laranja (*Citrus sinensis*), da variedade Valência, como também em suas frações, obtidas por dois processos distintos. No trabalho de BAZEMORE (1995), na amostra obtida por refluxo, os compostos voláteis de maior impacto odorífero presentes na essência aquosa foram: álcool isoamílico, butanoato de etila, linalol, octanal, nonanal, decanal, α -terpineol e mais dois compostos não identificados. Na amostra sem refluxo os compostos de maior impacto odorífero foram: linalol, octanal, butanoato de etila, hexanal e mais três compostos não identificados. Esse trabalho foi de grande relevância à pesquisa de aromas cítricos, uma vez que foi um dos primeiros trabalhos utilizando essa técnica CGO – Osme – em essência cítrica. Entretanto, a essência utilizada por BAZEMORE (1995) era proveniente de variedades de laranja norte-americanas, e o processo de obtenção das frações ocorreu em nível laboratorial e distinto daquele utilizado em escala industrial pela maioria das empresas brasileiras de produção de aromas cítricos. Por este motivo, esses resultados devem ser interpretados com cuidado pelas indústrias cítricas nacionais.

SCHIEBERLE e seu grupo de pesquisa utilizaram AEDA em dois estudos para avaliar a importância odorífera dos compostos voláteis isolados do suco de laranja - variedade Valência - obtido por extração manual. Numa dessas pesquisas, HINTERHOLZER e SCHIEBERLE (1998) encontraram seis compostos voláteis de maior importância odorífera no isolado do suco extraído de laranjas em estado avançado de maturação. Em ordem decrescente de importância, esses compostos foram: butanoato de etila (descrição: frutal), cis-3-hexenal (descrito como aroma verde, folha), **3a,4,5,7a-tetrahidro-3,6-dimetil-2(3H)-benzofuranona** (doce, ardido), 2-metilpropionato de etila (frutal), 2-metilbutanoato de (S)-etila (frutal) e **4,5-epoxi-(E)-dec-2-enal** (metálico). Os três últimos compostos possuíam mesmo FD, sugerindo que eles possuíam a mesma importância odorífera, segundo a técnica AEDA. Os autores relataram ainda que os compostos

aqui em negrito, de índice de Kováts aproximados entre 2200 e 2000, respectivamente, não foram detectados pelo detector de ionização de chamas. Em outro estudo (BUETTNER e SCHIEBERLE, 2001), foram avaliados compostos voláteis provenientes de suco extraído de laranja em estado inicial de maturação. Dentre os quatro compostos voláteis de maior importância odorífera observados, três apresentaram valores iguais de FD: butanotato de etila (descrição: frutal), octanal (verde, cítrico) e 3a,4,5,7a-tetrahidro-3,6-dimetil-2(3H)-benzofuranona (doce, ardido). O quarto composto e que apresentou maior impacto odorífero, foi o cis-3-hexenal (verde, folha). Mesmo que bastante úteis à exploração das regiões odoríferas entre os compostos presentes no suco de laranja, esses resultados devem também ser interpretados com cuidado pelas indústrias cítricas nacionais, uma vez que foram avaliados em sucos de laranjas de origens argentina, espanhola e italiana. Em complementação, a técnica AEDA não é fundamentada em princípios psicofísicos, conforme discutido anteriormente, o que pode distorcer o poder odorífero atribuído aos voláteis.

AEDA também foi utilizada por ELSTON *et al* (2005) para verificar a contribuição do sesquiterpeno valenceno no aroma do óleo essencial (Valência, EUA), pois sua presença era geralmente considerada indicativa de boa qualidade desse subproduto cítrico. Nesse estudo, o valenceno não provocou nenhuma resposta olfativa, mesmo estando presente em concentração normalmente encontrada no óleo essencial. Sendo assim, os autores questionaram a adequação da detecção da presença desse composto como indicativo da qualidade do óleo. Foram realizadas também avaliações quantitativas do valenceno. A partir dos resultados dessas análises, os pesquisadores sugeriram que a detecção de valenceno no óleo essencial seja utilizada apenas como índice de maturação da fruta.

2.2.2. Pesquisas Envolvendo Óleos, Essências e Sucos Provenientes de Laranjas (*Citrus sinensis*) de Variedades Brasileiras

A despeito de o Brasil ser o maior produtor e exportador mundial de suco concentrado de laranja, poucos foram os estudos que avaliaram a aplicação de

aromas cítricos em suco reconstituído produzido por indústrias nacionais. Ainda mais reduzidos foram os estudos que associaram, de forma abrangente, informações sobre a natureza química dos óleos e essências cítricas sobre o perfil sensorial do suco de laranja processado, notadamente, sobre a aceitação do produto junto aos seus reais consumidores.

Uma das primeiras pesquisas realizadas com suco brasileiro foi desenvolvida por FIGUEIREDO *et al* (1979). Neste estudo, foram elaborados quatro tratamentos de suco de laranja concentrado: i) envase do suco em latas revestidas de verniz epoxy, recravadas a vácuo (tratamento padrão); ii) pasteurização do suco a 74°C / 40s, em trocador de calor a placas, e posterior enlatamento a quente, seguido do resfriamento em resfriador rotativo; iii) pasteurização do suco a 74°C / 40s, em sistema cozedor rotativo, seguido do resfriamento em sistema rotativo *spin-cooler* e recravado sob vácuo de 22 pol.; e, iv) envase do suco em latas recravadas sob vácuo de 5 pol. em atmosfera de nitrogênio, seguido da pasteurização e resfriamento pelo sistema *spin-cooler*. O tratamento padrão foi armazenado a -20°C e os demais tratamentos foram armazenados a 5°C. Durante o período de 180 dias, estes pesquisadores avaliaram o perfil de voláteis dos sucos, utilizando a técnica de *headspace*-cromatografia gasosa, tendo também avaliado a aceitação dos produtos durante o mesmo período. Nos tratamentos armazenados a 5°C foi detectada diminuição de dois compostos voláteis em relação à amostra padrão: um dos quais parecia ser o acetaldeído e o outro composto não foi identificado. Foi observado também o aumento do n-hexanal em função do processo de acondicionamento – cozedor rotativo. Encontrou-se diferença significativa ($p < 0,05$) entre a aceitação das amostras armazenadas a 5°C em relação à amostra padrão, após 135 dias de armazenamento. Essa pesquisa gerou informações úteis referentes à variação de perfil de voláteis presentes em suco de laranja concentrado e em ds condições de armazenamento do produto. Entretanto, nem todos os compostos foram identificados, como também nem todas as informações obtidas podem ser estendidas para o suco reconstituído pronto para beber, em função das diferenças químicas e de acondicionamento que existem entre eles.

Posteriormente, outro pesquisador, BETTINI (1995), realizou uma série de estudos envolvendo diversas formulações de aromas cítricos naturais e sintéticos, bem como o impacto da aplicação de alguns desses aromas a suco de laranja fresco, pasteurizado, concentrado e reconstituído (BETTINI *et al*, 1998).

Num primeiro experimento, BETTINI (1995) estudou a vida de prateleira de 11 formulações de aroma, dez das quais consistiam-se de concentrados lipossolúveis e um, hidrossolúvel, todos provenientes de frações obtidas de óleos cítricos. As amostras foram armazenadas a -10°C por até 24 meses, sendo avaliadas através de cromatografia gasosa, análises físico-químicas e testes sensoriais realizados por aromistas. A pesquisadora relatou que aromas contendo óleo essencial de laranja concentrado combinados com frações obtidas por destilação fracionada apresentaram baixos níveis de oxidação e nota máxima de qualidade sensorial. Por outro lado, aromas compostos apenas pelas essências aquosa ou oleosa, sem adição de óleo essencial com seus antioxidantes naturais, mostraram-se mais susceptíveis à oxidação apresentando qualidade sensorial inferior ao final do período de estudo.

Em outro experimento, BETTINI (1995) desenvolveu nove formulações de aroma cítrico natural, à exceção de uma delas que era um aroma reforçado sinteticamente. As formulações foram aplicadas em suco de laranja concentrado, que posteriormente foram avaliados quanto aos seus componentes voláteis, através de cromatografia gasosa-*headspace* e cromatografia gasosa-espectrometria de massas (CG-EM). Através da técnica CG-EM, os seguintes voláteis foram identificados como importantes para a qualidade sensorial do suco: octanal, nonanal, decanal, acetato de etila, butirato de metila, butirato de etila, linalol, hexenol, α -terpineol, d'limoneno, α -pineno, sabineno, gama-terpineno e valenceno. Entretanto, nessa pesquisa, as amostras de suco não foram avaliadas sensorialmente.

BETTINI (1995) realizou também, durante 12 meses, um estudo de vida de prateleira de amostras de suco concentrado, de *ratios* (razão °Brix/acidez) entre 11/12 e 15/16, enriquecidos com nove formulações distintas de aroma, uma das

quais rica em aldeído. Foram realizadas tanto avaliações sensoriais descritivas - considerando-se os atributos sabores e odores fresco, cozido e oxidado – como também avaliações hedônicas. a partir do nono mês de armazenamento, foram detectadas diferenças significativas entre as amostras com relação à qualidade sensorial. Foram observadas em algumas amostras, aumento na intensidade dos sabores e odores oxidado e cozido e diminuição de sabor e odor fresco. Observou-se também maior estabilidade do suco enriquecido com o aroma que continha alto teor de aldeídos em sua composição. Este experimento gerou muitas informações ainda não conhecidas pela indústria cítrica nacional e internacional e, por esse motivo, tornou-se uma sólida referência para aqueles que pesquisam nessa área. Entretanto no que concerne às avaliações sensoriais, o mesmo teve sua validade comprometida uma vez que os testes afetivos não foram realizados por reais consumidores do produto e sim, por provadores treinados, condição não aceita por profissionais da área de análise sensorial tanto no cenário nacional como internacional (STONE e SIDEL, 1993; MEILGAARD *et al*, 1987, ALMEIDA *et al*, 1999).

Finalmente, a partir dos resultados obtidos na série de experimentos acima descritos e de outros de sua autoria, BETTINI (1995) realizou um experimento conclusivo, selecionando sete formulações de aromas, de composições não reveladas, e aplicando-os ao suco de laranja concentrado. As amostras foram avaliadas através de análises cromatográficas e sensoriais. Deste trabalho, as conclusões mais relevantes foram que: i) utilizando-se o processo de destilação fracionada e arraste a vapor, é possível produzir aromas 100% naturais com melhor qualidade que aqueles reforçados sinteticamente; ii) diferentes tipos de suco de laranja podem tornar-se bastante similares ao suco fresco, se receberem aromatizações adequadas e específicas a cada tipo de suco, principalmente se o produto for o suco concentrado reconstituído e, iii) ao se utilizar frações obtidas por processo de destilação fracionada na formulação de um aroma, a proporção dessas frações deve ser cuidadosamente balanceada de forma que o aroma final forneça ao suco em que for reincorporado, boa estabilidade e características sensoriais similares às aquelas da fruta *in natura*.

Os trabalhos de BETTINI (1998; 1995) aqui mencionados representam algumas das mais importantes contribuições à pesquisa nacional de aromas cítricos, principalmente com relação às suas composições em voláteis e propriedades químicas e físico-químicas. Entretanto, informações mais detalhadas sobre as características sensoriais desses aromas, seus impactos sobre o perfil sensorial dos sucos processados e a identificação dos voláteis de maior impacto odorífero sobre o produto final não foram investigados com metodologias mais modernas como a CGO.

Com o objetivo exclusivo de determinar a importância odorífera dos voláteis presentes em óleos essenciais extraídos de laranjas (*Citrus sinensis*) das variedades Valência e Pêra, provenientes da Flórida (EUA) e do Brasil, respectivamente, GAFFNEY *et al* (1996) utilizaram a técnica CGO CHARM. Nessa pesquisa, os autores observaram que a maioria dos compostos odoríferos estava associada à fração polar dos compostos presentes nos óleos, não correspondendo à composição majoritária dos mesmos, os terpenos. Foi reportada a percepção de 9 (Valência) e 10 (Pêra) odores de maior importância odorífera nas amostras de óleo essencial dos Estados Unidos e do Brasil, respectivamente, os quais foram: octanal, linalol, nonanal, decanal, undecanal, β -sinensal, bem como dois compostos não identificados. Adicionalmente, o óleo brasileiro, geranial foi também reportado como volátil de importância odorífera. A ordem de importância entre os odores percebidos diferiu ligeiramente entre os dois óleos. No óleo norte-americano, os quatro compostos que correspondiam àqueles de maior importância odorífera, segundo essa metodologia, foram, em ordem decrescente, octanal (descrição: cítrico, aldeídico), linalol (cereal sabor de frutas), um composto não identificado (alcaçuz) e β -sinensal (peixe, mato). No óleo brasileiro, os compostos de maior impacto odorífero foram octanal, o mesmo composto não identificado e linalol. Embora úteis à exploração das regiões odoríferas do cromatograma, as conclusões sobre a importância odorífera dos voláteis fornecidas por essa pesquisa são pouco precisas por basearem-se em limiares de detecção, conforme já discutido anteriormente.

Utilizando a técnica CG-Perfil de Odor, TONDER *et al* (1998) conduziram uma pesquisa em que cinco julgadores treinados avaliaram o efluente cromatográfico do isolado contendo compostos voláteis do suco de laranja reconstituído (*Citrus sinensis*, variedade Pêra, Brasil), acondicionado em embalagem Tetra Brik, ao início do armazenamento e após 12 meses de estocagem a 20°C. Quarenta e quatro odores foram percebidos no isolado do suco no tempo inicial de armazenamento e 43, no isolado do suco armazenado por 12 meses. Em ordem decrescente, os compostos de maior importância odorífera observados no suco no início do armazenamento foram os seguintes: um sesquiterpeno não identificado, octanal, ácido acético, butanoato de etila, β -pineno, linalol / octanol, 2-pentanona, citral, limoneno e outro sesquiterpeno não identificado. No suco estocado por 12 meses, foram encontrados, em ordem decrescente de importância: ácido acético, limoneno, dois compostos não identificados, carvona, ácido butanóico e linalol / octanol. Esses resultados fornecem informações muito valiosas sobre a contribuição dos compostos voláteis ao aroma e sabor do suco produzido com variedades de laranjas brasileiras. Entretanto, os autores não informaram com que tipo de aroma o suco concentrado que originou o suco reconstituído utilizado na pesquisa era enriquecido: se com óleo essencial, essência aquosa, essência oleosa ou com um aroma formulado a partir de frações desses subprodutos. É improvável que os compostos voláteis encontrados no experimento tenham origem no próprio suco *pump out*, obtido da saída do evaporador, uma vez que o mesmo é reduzido de compostos voláteis odoríferos associados à nota de *suco fresco*. De modo geral, os sucos concentrados que as indústrias cítricas brasileiras exportam são enriquecidos apenas com óleo essencial integral, porém, não é possível afirmar que esse procedimento tenha ocorrido com o suco utilizado na pesquisa, permanecendo desconhecida a origem dos compostos voláteis avaliados nesse experimento.

No Brasil, GARCIA (2000) estudou a contribuição do óleo essencial de laranja e três frações (cabeça, coração e cauda) destiladas desse óleo essencial, sobre a qualidade sensorial do suco de laranja concentrado congelado. A qualidade sensorial de vinte e sete formulações de suco concentrado enriquecido com os aromas anteriormente mencionados foi avaliada através de testes com

consumidores, utilizando-se Metodologia de Superfície de Resposta (MSR) e Mapa Interno de Preferência. Os sucos foram também avaliados através de Análise Descritiva Quantitativa (ADQ). O trabalho revelou que a fração cauda, formada por voláteis de maior ponto de ebulição, não apresentou efeito significativo ($p \leq 0,05$) sobre a qualidade sensorial do suco; a fração cabeça, composta por voláteis de menor ponto de ebulição, apresentou efeito negativo sobre a aceitação do suco junto aos consumidores ($p \leq 0,05$); e a fração coração, aumentou significativamente ($p \leq 0,05$) a aceitação do suco. Esta última fração foi capaz de mascarar o aroma e o sabor de cozido e doce do suco concentrado, conferindo ao produto aroma e sabor de fruta fresca. Utilizando-se a técnica Osme, foram também identificados os compostos voláteis presentes na fração coração de importância odorífera para o aroma e sabor do suco de laranja. Dentre os compostos de maior impacto odorífero da fração coração identificados destacaram-se: α -pineno, sabineno, limoneno, mirceno, linalol e decanal, entre outros. Esses resultados forneceram relevantes informações tanto para a melhoria da qualidade sensorial do suco de laranja concentrado, como também à pesquisa e desenvolvimento de aromas cítricos no Brasil. Entretanto, uma vez que a pesquisa envolveu apenas aromas obtidos a partir do óleo essencial de laranja, outros estudos devem ser realizados considerando-se as essências cítricas, também utilizadas pelas indústrias cítricas para a recuperação do aroma natural de seus produtos.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Matérias Primas

3.1.1. Suco Concentrado

O suco utilizado no presente estudo, constituiu-se de suco de laranja concentrado congelado, isento de adição de aroma (suco *pump-out*), produzido a partir de variedades de laranjas brasileiras – Natal e Valência -, com concentração em sólidos solúveis de 66,01°Brix e relação Brix/acidez (*ratio*) igual a 15,61, tendo sido fornecido pela indústria cítrica Fischer-Döhler Ltda., localizada em Limeira (SP).

3.1.2. Aromas cítricos

Três diferentes aromas naturais e reconhecidos como ingredientes GRAS (*Generally Recognized as Safe*) foram elaborados por processo de destilação fracionada de subprodutos do processamento de suco de laranja concentrado, quais sejam, **óleo essencial**, obtido na etapa de esmagamento da fruta, **essência aquosa** e **essência oleosa**, obtidas durante o processo de concentração do suco de laranja. Os óleos e essências utilizados foram fornecidos por indústrias nacionais.

A destilação fracionada dos aromas cítricos foi realizada em coluna de destilação a baixa pressão (1 a 2 mm Hg) e a baixa temperatura (65 a 80°C), em instalações da indústria de aromas Flavor Tec – Aromas de Frutas Ltda., localizada em Pindorama (SP). Assim, quatro diferentes aromas cítricos naturais (GRAS) foram elaborados no presente estudo, quais sejam:

- i) **Aroma I** constituído apenas pelo **óleo essencial** integral de laranja;
- ii) **Aroma II**: aroma formulado contendo frações destiladas de **essência oleosa de laranja** (*oil phase*);

- iii) **Aroma III:** aroma formulado contendo frações destiladas de **óleo essencial** e frações destiladas de **essência oleosa** (*oil phase*);
- iv) **Aroma IV:** aroma formulado contendo frações destiladas de **óleo essencial**, frações destiladas de **essência oleosa** e frações destiladas de **essência aquosa** (*water phase*).

A composição de cada um dos aromas II, III e IV foi definida em função de: i) dados de perfil sensorial e testes com consumidores, bem como de avaliação olfatométrica, obtidos em estudos anteriormente realizados por colaboradores da presente pesquisa (GARCIA *et al*, 2004; GARCIA, 2000; BETTINI *et al*, 1998; BETTINI, 1995) e, ii) avaliações sensoriais realizadas por especialistas em aromas cítricos, atuantes em indústrias de sucos cítricos.

3.2. Processamento do Suco pronto para beber (*ready-to-drink*)

O processamento das formulações de suco pronto para beber ocorreu conforme fluxograma apresentado na Figura 2.

Aproximadamente 48 horas antes do processamento, o suco concentrado congelado foi adicionado dos quatro diferentes aromas - I, II, III e IV, anteriormente citados, ocorrendo homogeneização manual. Por ocasião do processamento, o suco contendo os aromas foi diluído em água mineral, de modo a se obter a concentração de $11,2 \pm 0,2^\circ\text{Brix}$. Esta etapa, denominada RECONSTITUIÇÃO, ocorreu em tanque de mistura construído em aço inoxidável, com agitação manual e capacidade para 200 litros (Figura 3).

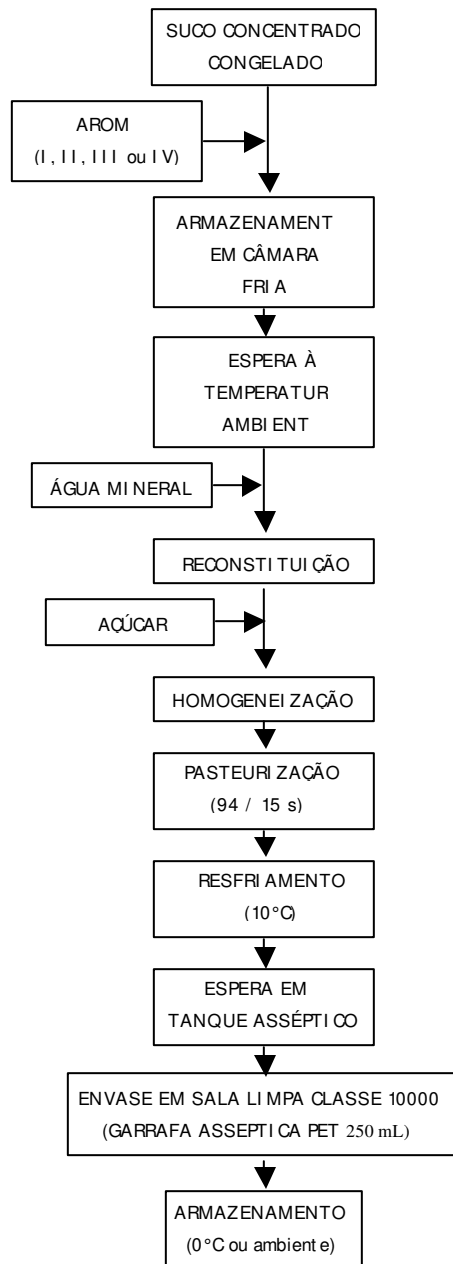


FIGURA 2. Fluxograma do processamento dos sucos de laranja prontos para beber.

Após a reconstituição do suco, o mesmo recebeu adição de diferentes dosagens de açúcar (Açúcar K – Copersucar). Assim, quatro diferentes formulações (A, B, C e D) foram elaboradas. Tanto a concentração de açúcar como a dosagem de cada aroma no suco foram definidas através de testes

preliminares realizados junto a consumidores de suco de laranja. Nestes testes preliminares, 30 consumidores, avaliaram através de escala hedônica estruturada (1 = desgostei extremamente; 5 = nem gostei / nem desgostei; 9 = gostei extremamente) e escala do ideal (-4 = extremamente menos doce que o ideal; 0 = ideal; +4 = extremamente mais doce que o ideal) (STONE e SIDEL, 1993), amostras de suco elaboradas com concentrações distintas de açúcar e de cada aroma anteriormente citado. Os resultados obtidos neste estudo prévio subsidiaram a definição das formulações de alta aceitação que fizeram parte do presente estudo. Foram elas:

- i) **Formulação A:** suco de laranja concentrado congelado adicionado de 0,8 mL do aroma I por kg de suco concentrado + água mineral (até 11,2°Brix) + 2,2% de açúcar K.
- ii) **Formulação B:** suco de laranja concentrado congelado adicionado de 0,6 mL de aroma II por kg de suco concentrado + água mineral (até 11,2°Brix) + 2,0% de açúcar K.
- iii) **Formulação C:** suco de laranja concentrado congelado adicionado de 0,6 mL do aroma III por kg de suco concentrado + água mineral (até 11,2°Brix) + 2,7% de açúcar K.
- iv) **Formulação D:** suco de laranja concentrado congelado adicionado de 0,3 mL do aroma IV por kg de suco concentrado + água mineral (até 11,2°Brix) + 2,7% de açúcar K.

Na seqüência, as quatro formulações de suco anteriormente descritas foram processadas e envasadas assepticamente em embalagem de polietileno tereftalato (PET), com capacidade para 250mL (Figura 4), utilizando-se uma planta piloto provida de sistema de processamento e acondicionamento asséptico de alimentos líquidos em garrafas plásticas, localizada na Faculdade de Engenharia de Alimentos, da UNICAMP – Campinas (SP) -, descrita e avaliada por PETRUS (2004) e PETRUS *et al* (2003).



FIGURA 3. Área de preparo da planta piloto de processamento e acondicionamento asséptico de alimentos líquidos em garrafas plásticas - Faculdade de Engenharia de Alimentos – UNICAMP, Campinas (SP), utilizada na presente pesquisa.



FIGURA 4. Formulações de suco pronto-para-beber (A, B, C e D) envasadas em embalagem PET.

Assim, as formulações de suco foram submetidas à PASTEURIZAÇÃO (94°C / 15 s), utilizando-se um trocador de calor a placas para tratamento UHT, de vazão nominal de 300 L/h, fabricado por Sumá Ltda., Campinas, SP (Figura 5).

Esta pasteurização se fez necessária porque, embora o suco concentrado já tivesse passado por processo de pasteurização, houve adição de outros ingredientes e manipulação do produto, o que criou possibilidade de recontaminação microbiana dos sucos formulados. Nas duas últimas seções do trocador de calor, ocorreram o PRÉ-RESFRIAMENTO e o RESFRIAMENTO do suco (10°C) que, a seguir, foi bombeado a um tanque contentor asséptico (Figura 6), posicionado antes do dosador. Esse tanque (Figura 6), construído em aço inoxidável, localizava-se no interior da sala de envase e era hermeticamente fechado para a manutenção da assepsia do produto, evitando-se assim a recontaminação microbiana do suco processado.

Conforme mostra a Figura 7a, paralelamente ao enchimento do tanque asséptico, as embalagens e as tampas foram higienizadas externamente por imersão em solução de ácido peracético / peróxido de hidrogênio (Proxitane 1512 – Tech Desinfecção) a 0,05% por 10 minutos. No seu interior, as embalagens foram higienizadas com o auxílio de um sistema de esterilização de embalagens desenvolvido e testado pelo grupo de pesquisa em Embalagens, da Faculdade de Engenharia de Alimentos da UNICAMP (FARIA, 2001; ABREU, 2001; PETRUS *et al*, 2001; PETRUS, 2000; PETRUS *et al*, 1999). Esse equipamento (Figura 7b) é provido de dois bicos aspersores, um para solução de ácido peracético, neste estudo a 0,3%, e outro, para água devidamente filtrada, ambas à temperatura ambiente, conforme testado no trabalho de ABREU (2001).



FIGURA 5. Trocador de calor a placas utilizado na presente pesquisa (planta piloto de processamento e acondicionamento asséptico de alimentos líquidos em garrafas plásticas - Faculdade de Engenharia de Alimentos – UNICAMP, Campinas, SP).

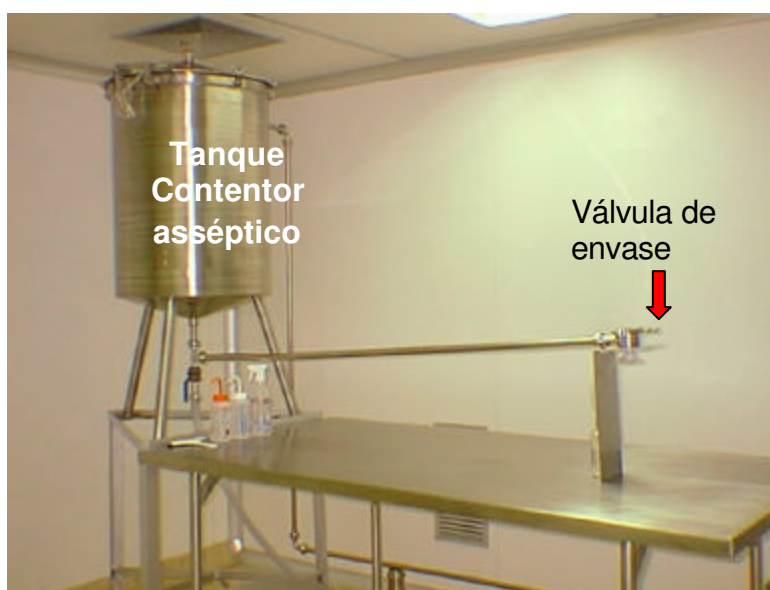


FIGURA 6. Interior da sala de envase utilizada no processamento das formulações de suco da presente pesquisa (planta piloto de processamento e acondicionamento asséptico de alimentos líquidos em garrafas plásticas - Faculdade de Engenharia de Alimentos – UNICAMP, Campinas, SP).

Manualmente, cada embalagem foi encaixada com o gargalo para baixo no bico regulado para aspergir a solução sanitizante em seu interior por 6 segundos.

Em seguida, o operador da máquina transferia a embalagem para o bico aspersor através do qual ocorria o enxágüe, também durante 6 segundos. Na seqüência, as embalagens eram transferidas à sala de envase asséptico (Figura 6), através de uma caixa de comunicação (*pass-through*) localizada na parede da mesma. Estes cuidados foram necessários para se evitar a recontaminação do produto pasteurizado.



A

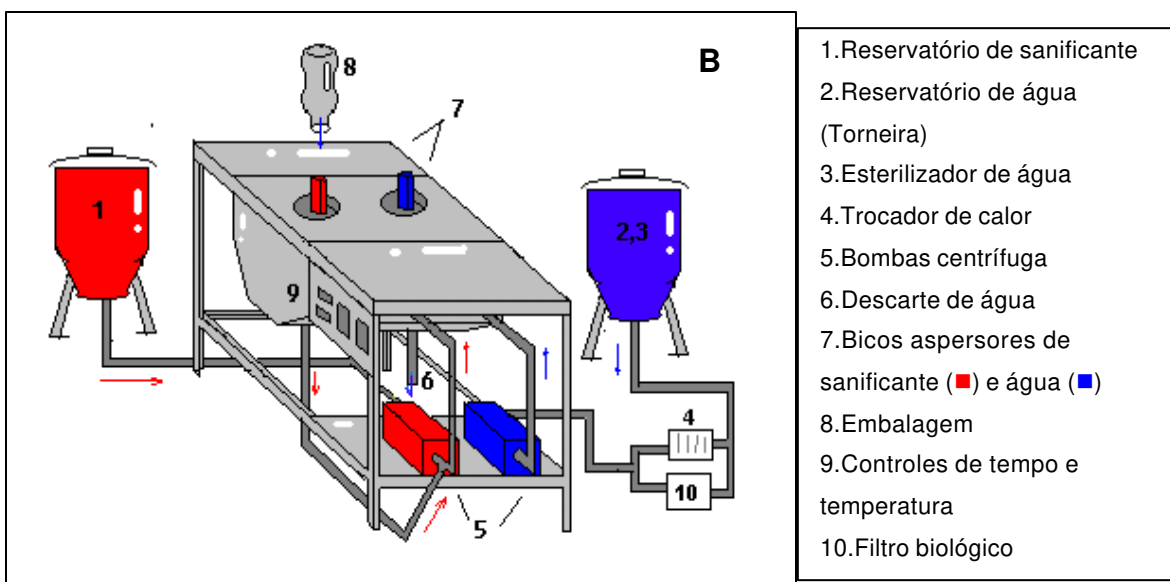


FIGURA 7. Higienização das embalagens PET (**A**) e sistema de esterilização de embalagens (**B**) utilizado no presente estudo (planta piloto de processamento e acondicionamento asséptico de alimentos líquidos em garrafas plásticas - Faculdade de Engenharia de Alimentos – UNICAMP, Campinas, SP).

A sala de envase foi mantida em condições assépticas, tendo sido certificada como uma sala limpa ISO classe 7, conforme descrito por PETRUS *et al* (2003). Dentro da mesma permaneceu o menor número possível de operadores, adequadamente vestidos e equipados, de forma a se evitar a contaminação do ambiente e do produto.

O ENVASE ocorreu manualmente através da pressão do gargalo da embalagem contra a válvula de envase (Figura 6). O fechamento também foi manual, com tampas previamente imersas em solução de ácido peracético a 0,05%.

Foi processada uma formulação por dia, sendo a ordem de processamento definida de forma completamente aleatorizada.

Metade das amostras foi ARMAZENADA à temperatura ambiente, com iluminação natural, em prateleiras que simulassem as condições de exposição em supermercados; e, a outra metade, armazenada em câmara fria à temperatura aproximada de -10°C.

Para avaliação da reprodutibilidade de todo o sistema, foram processados três lotes da formulação A, em idênticas condições, em três dias distintos.

Uma vez que as amostras seriam avaliadas sensorialmente durante o período de quatro meses, foi realizado teste de esterilidade comercial (USFDA, 1998) em 300 unidades de amostras de suco reconstituído de um dos lotes da formulação A, visando verificar se as mesmas se encontravam viáveis ao consumo humano. Conforme a metodologia utilizada, todas as 300 garrafas de suco de laranja pronto para beber, coletadas aleatoriamente, foram incubadas a 35°C durante 10 dias. Após o período de incubação, cada unidade foi observada visualmente e através de exame microscópico, sendo também

realizada leitura de pH. A partir desses exames, seria verificada a necessidade de se realizar algum outro teste microbiológico.

3.3. Impacto dos aromas naturais sobre a aceitação e o perfil sensorial do suco pronto-para-beber

Para se avaliar o impacto dos quatro aromas naturais (I, II, III e IV) sobre a aceitação e perfil sensorial do suco de laranja pronto-para-beber, as formulações A, B, C e D - descritas anteriormente - foram sensorialmente avaliadas em condições pré-processamento térmico. Em complementação, quatro amostras comerciais de suco de laranja pronto-para-beber (amostras E, F, G e H), de alta competitividade no mercado paulista de suco de laranja, também foram incluídas no estudo para efeito comparativo com a realidade do mercado. Assim, um total de oito amostras foram avaliadas. As amostras comerciais foram adquiridas após, aproximadamente, um mês da data de fabricação, devido à indisponibilidade de lotes de produção mais recentes. Os testes sensoriais foram conduzidos utilizando-se tanto equipe de consumidores como equipe de provadores treinados, segundo condições detalhadas nos próximos parágrafos.

3.3.1. *Teste com consumidores*

Inicialmente, 112 consumidores avaliaram a aceitação global de todas as oito amostras (A, B, C, D, E, F, G e H), utilizando a escala hedônica estruturada mista de 9 pontos (PERYAM e GIRARDOT, 1952), conforme mostra a ficha da Figura 8.

Os consumidores foram recrutados após avaliação das respostas ao questionário apresentado na Figura 9, distribuído entre funcionários e alunos de graduação e pós-graduação de várias unidades da UNICAMP – Universidade Estadual de Campinas, Campinas (SP). Foram adotados os seguintes critérios para a seleção dos indivíduos que posteriormente participaram do teste: ter idade

entre 20 e 45 anos, gostar de suco de laranja industrializado em grau correspondente ou superior a “gosto moderadamente” e consumir suco de laranja na frequência mínima de um copo por semana.

Nome: _____ Data: _____ Sessão: _____ Proveedor: _____																																
Você está recebendo 4 amostras de SUCO DE LARANJA. Por favor, prove-as, da esquerda para a direita e, utilizando a escala abaixo, indique o quanto você gostou ou desgostou DE UM MODO GERAL de cada uma. <table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width: 50%;"></th> <th style="width: 25%; text-align: center;">AMOSTRA</th> <th style="width: 25%; text-align: center;">RESPOSTA</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>9 - Gostei extremamente</td> <td style="text-align: center;">_____</td> <td style="text-align: center;">_____</td> </tr> <tr> <td>8 - Gostei muito</td> <td style="text-align: center;">_____</td> <td style="text-align: center;">_____</td> </tr> <tr> <td>7 - Gostei moderadamente</td> <td style="text-align: center;">_____</td> <td style="text-align: center;">_____</td> </tr> <tr> <td>6 - Gostei ligeiramente</td> <td style="text-align: center;">_____</td> <td style="text-align: center;">_____</td> </tr> <tr> <td>5 - Nem gostei / nem desgostei</td> <td style="text-align: center;">_____</td> <td style="text-align: center;">_____</td> </tr> <tr> <td>4 - Desgostei ligeiramente</td> <td style="text-align: center;">_____</td> <td style="text-align: center;">_____</td> </tr> <tr> <td>3 - Desgostei moderadamente</td> <td style="text-align: center;">_____</td> <td style="text-align: center;">_____</td> </tr> <tr> <td>2 - Desgostei muito</td> <td style="text-align: center;">_____</td> <td style="text-align: center;">_____</td> </tr> <tr> <td>1 - Desgostei extremamente</td> <td style="text-align: center;">_____</td> <td style="text-align: center;">_____</td> </tr> </tbody> </table> Comentários: _____				AMOSTRA	RESPOSTA	9 - Gostei extremamente	_____	_____	8 - Gostei muito	_____	_____	7 - Gostei moderadamente	_____	_____	6 - Gostei ligeiramente	_____	_____	5 - Nem gostei / nem desgostei	_____	_____	4 - Desgostei ligeiramente	_____	_____	3 - Desgostei moderadamente	_____	_____	2 - Desgostei muito	_____	_____	1 - Desgostei extremamente	_____	_____
	AMOSTRA	RESPOSTA																														
9 - Gostei extremamente	_____	_____																														
8 - Gostei muito	_____	_____																														
7 - Gostei moderadamente	_____	_____																														
6 - Gostei ligeiramente	_____	_____																														
5 - Nem gostei / nem desgostei	_____	_____																														
4 - Desgostei ligeiramente	_____	_____																														
3 - Desgostei moderadamente	_____	_____																														
2 - Desgostei muito	_____	_____																														
1 - Desgostei extremamente	_____	_____																														

Figura 8. Ficha de aplicação utilizada no teste de consumidor realizado para avaliação do impacto dos aromas naturais sobre a aceitação do suco de laranja pronto para beber.

As amostras foram avaliadas através de duas sessões, sendo servidas quatro amostras em cada uma. A ordem de apresentação das amostras seguiu delineamento balanceado, conforme descrito por WAKELING e MACFIE (1995), de modo a controlar o efeito denominado *first-order carry-over*.

As amostras foram servidas em temperatura próxima a 12°C, em quantidade aproximada de 30 mL, em copos plásticos de 50 mL, codificados com números de três dígitos definidos de forma aleatória. Foram fornecidos água e biscoito do tipo *cream cracker* para serem ingeridos entre uma amostra e outra como forma de enxaguar a boca.

As respostas hedônicas dos consumidores foram submetidas às seguintes análises estatísticas: i) Análise da Variância (ANOVA, $p \leq 0,05$) - fontes de

variação: amostra, consumidor e ordem de apresentação da amostra ao consumidor; ii) teste de médias Tukey ($p \leq 0,05$); e iii) análise multivariada, denominada Mapa Interno de Preferência (MDPREF) (SCHLICH e McEWAN, 1992).

Questionário de Recrutamento de Provadores	
Nome: _____ Data: ____ / ____ / ____	
Contatos: Laboratório: _____ ramal: _____ Fone (resid.): _____ e-mail: _____	
Idade: _____ Sexo: () F () M	
Por favor, marque na escala da esquerda o quanto você gosta ou desgosta de suco de laranja natural, e na da direita, a frequência com que você costuma consumi-lo.	
() Gosto extremamente	() Menos de 1 copo por semana
() Gosto muito	() De 1 a 3 copos por semana
() Gosto moderadamente	() De 4 a 7 copos por semana
() Gosto ligeiramente	() Mais de um copo por dia
() Nem gosto / Nem desgosto	
() Desgosto ligeiramente	
() Desgosto moderadamente	
() Desgosto muito	
() Desgosto extremamente	
Indique na escala abaixo os lugares onde você costuma beber esse produto.	
() em casa	() em bares / lanchonetes / casas noturnas
() em restaurantes	() outros: _____
() em festas / reuniões sociais	
Você já provou suco de laranja concentrado congelado (em lata; ex: Lanjal)? () Sim () Não	
Em caso afirmativo, por favor, marque na escala da esquerda o quanto você gosta ou desgosta de suco de laranja concentrado congelado, e na da direita, a frequência com que você costuma consumi-lo.	
() Gosto extremamente	() Menos de 1 copo por semana
() Gosto muito	() De 1 a 3 copos por semana
() Gosto moderadamente	() De 4 a 7 copos por semana
() Gosto ligeiramente	() Mais de um copo por dia
() Nem gosto / Nem desgosto	
() Desgosto ligeiramente	
() Desgosto moderadamente	
() Desgosto muito	
() Desgosto extremamente	

FIGURA 9. Questionário de recrutamento de provadores para participação dos testes sensoriais aplicados para avaliação das formulações de suco de laranja.

(continuação)

Por favor, indique na escala abaixo os lugares onde você costuma beber esse produto.

- ☐ em casa ☐ em bares / lanchonetes / casas noturnas
☐ em restaurantes ☐ outros: _____
☐ em festas / reuniões sociais

Você já provou suco de laranja de caixinha, pronto para beber (ex: Izzy, Parmalat, Frully, Danone, Nestle, Melk, Jussy, Leco, Da Granja, Salute, etc)? ☐ Sim ☐ Não

Em caso afirmativo, por favor, marque na escala da esquerda o quanto você gosta ou desgosta de suco de laranja de caixinha, pronto para beber, e na da direita, a frequência com que você costuma consumi-lo.

- | | |
|---|---|
| ☐ Gosto extremamente | ☐ Menos de 1 copo por semana |
| ☐ Gosto muito | ☐ De 1 a 3 copos por semana |
| ☐ Gosto moderadamente | ☐ De 4 a 7 copos por semana |
| ☐ Gosto ligeiramente | ☐ Mais de um copo por dia |
| ☐ Nem gosto / Nem desgosto | |
| ☐ Desgosto ligeiramente | |
| ☐ Desgosto moderadamente | |
| ☐ Desgosto muito | |
| ☐ Desgosto extremamente | |

Por favor, indique na escala abaixo os lugares onde você costuma beber esse produto.

- ☐ em casa ☐ em bares / lanchonetes / casas noturnas
☐ em restaurantes ☐ outros: _____
☐ em festas / reuniões sociais

Você pretende estar na UNICAMP até outubro de 2002? ☐ Sim ☐ Não

Em caso afirmativo, você gostaria de participar das avaliações sensoriais referentes ao estudo que avaliará a qualidade e estabilidade sensoriais de suco de laranja, que ocorrerão entre os meses de agosto/2001 a outubro/2002 (não continuamente)?

- ☐ Sim ☐ Não

Em caso afirmativo, você já participou de avaliação descritiva de algum suco (Ex: ADQ, Perfil Livre, estudo de vida-de-prateleira)? ☐ Sim. Qual suco? _____ ☐ Não

MUITO OBRIGADA PELA COLABORAÇÃO!
Selma – Laboratório de Análise Sensorial

FIGURA 9. (continuação) Questionário de recrutamento de provadores para participação dos testes sensoriais aplicados para avaliação das formulações de suco de laranja.

3.3.2. Perfil Sensorial

Para a avaliação do impacto de cada aroma (I, II, III e IV) sobre o perfil sensorial das amostras antes do processamento térmico, foi utilizada a metodologia sensorial descritiva denominada Análise Descritiva Quantitativa -

ADQ - (Stone *et al*, 1974). Adicionalmente, as amostras comerciais F e H tiveram seus perfis sensoriais também avaliados. Essas duas amostras foram selecionadas em função dos resultados do teste com consumidores: cada uma representava um segmento distinto dentre as amostras, segundo a preferência dos consumidores. Assim, seis amostras anteriormente avaliadas pelos consumidores (A, B, C, D, F e H), foram avaliadas por uma equipe sensorial previamente recrutada, selecionada e treinada, composta por 12 provadores.

Recrutamento dos Provadores

Treze indivíduos, alunos e funcionários da UNICAMP, foram inicialmente recrutados a partir das respostas ao questionário apresentado na Figura 9, observando-se os critérios: i) idade entre 20 e 45 anos; ii) aceitação do suco de laranja natural ou industrializado correspondente ou superior ao grau “gosto moderadamente”, na escala hedônica; iii) interesse e disponibilidade em participar do estudo; e v) participação prévia em equipes descritivas de suco de laranja ou de suco de outro sabor.

Desenvolvimento da Terminologia Descritiva

O levantamento de termos descritores das amostras de suco de laranja reconstituído foi realizado através do Método de Rede, proposto por KELLY (1955 apud MOSKOWITZ, 1983), utilizando-se os provadores previamente recrutados. Assim, as seis amostras foram avaliadas em trios, em duas sessões, sendo os provadores solicitados a descrever suas similaridades e diferenças quanto à aparência, aroma, sabor e sensações bucais, conforme mostra a ficha apresentada na Figura 10.

Em seguida, sob a supervisão do líder da equipe sensorial, os provadores discutiram os termos levantados, a fim de se eliminar redundâncias, sinônimos ou termos pouco citados, selecionando-se de forma consensual os termos que melhor descreviam as similaridades e diferenças entre as amostras. Durante esta fase do trabalho, foram consensualmente elaboradas pela equipe

sensorial tanto a lista de definição dos termos descritivos e respectivas amostras de referência, como a ficha de avaliação descritiva das amostras. Na ficha descritiva, para avaliação da intensidade de cada atributo, foi utilizada escala não estruturada de 9 cm, ancorada nos extremos com termos de intensidade como: forte / fraco, muito / pouco, etc (STONE e SIDEL, 1993; MEILGAARD *et al*, 1987).

Nome: _____ Data: ____/____/____	
Amostras _____ _____ _____	
Você está recebendo três amostras de suco de laranja. Inicialmente, identifique as duas amostras mais similares com relação ao aroma e descreva com detalhes, em que elas são similares e em que elas diferem da terceira amostra com relação ao aroma. Em seguida, repita o mesmo procedimento com relação ao sabor, textura e aparência (fora da cabine) das amostras.	
SIMILARIDADES	DIFERENÇAS
Aroma	
Sabor	
Textura	
Aparência	

FIGURA 10. Ficha utilizada para levantamento de termos descritivos das formulações de suco de laranja, segundo Método de Rede (MOSKOWITZ, 1983).

Treinamento da Equipe Sensorial

Utilizando-se a ficha consensualmente desenvolvida pela equipe sensorial, bem como as referências e definições dos atributos, os provadores avaliaram, em várias sessões de degustação, diferentes amostras de suco de laranja com diferentes formulações dos aromas anteriormente citados (item 3.1.2). Durante essas sessões, após avaliarem amostras codificadas através da ficha descritiva

consensualmente desenvolvida, os provadores discutiam seus desempenhos individuais comparativamente ao grupo, sugeriam novas referências e discutiam a introdução ou retirada de termos descritores da ficha. Quando o líder observou que a equipe parecia suficientemente treinada, procedeu-se então a seleção da equipe final que de fato avaliaria as seis amostras gerando seus perfis sensoriais.

Seleção da Equipe Final de Provadores

Nesta etapa, seis amostras de suco de laranja (A, B, C, D, F e H) foram avaliadas, em três repetições, por cada um dos indivíduos previamente treinados.

Ao final desta etapa, os dados obtidos com cada provador, para cada atributo, foram avaliados através de Análise da Variância (ANOVA, $p \leq 0,05$). As fontes de variação foram “amostra” e “repetição” e os níveis de significância (p) de F para esses dois fatores foram computados para cada provador, em cada atributo. Assim, foram selecionados dez indivíduos para compor a equipe descritiva, utilizando-os os seguintes critérios: apresentar capacidade discriminatória satisfatória ($p \leq 0,50$, para amostra), reprodutibilidade ($p \geq 0,05$, para repetição) e julgamento consensual com a equipe sensorial para a maior parte dos atributos avaliados, conforme sugerido por ASTM (1981) e DAMÁSIO e COSTELL (1991). O consenso de cada provador com a equipe sensorial foi avaliado através da comparação da média das intensidades de cada atributo atribuídas por cada provador, com a média geral da equipe para cada amostra.

Avaliações do Perfil Sensorial das Amostras

Para avaliação do perfil sensorial das formulações de suco, os provadores selecionados avaliaram, em três repetições, a intensidade dos atributos sensoriais em cada uma das seis amostras: A, B, C e D pré-processamento, F e H – comerciais. A fim de se evitar fadiga sensorial, foram servidas no máximo quatro amostras por sessão, seguindo delineamento de blocos completos aleatorizados.

Os dados coletados nos testes descritivos foram submetidos à Análise de Variância (ANOVA, $p \leq 0,05$), tendo como fontes de variação os fatores “amostra” e “provador”. Teste de média Tukey e Análise de Componentes Principais (ACP).

Todas as análises estatísticas foram realizadas utilizando-se o programa estatístico SAS (2000), versão 8,0.

As avaliações de aparência do suco foram consideradas irrelevantes na avaliação do impacto dos aromas naturais sobre a aceitação e o perfil sensorial do suco pré-processado.

3.4. Estabilidade sensorial dos aromas naturais ao processamento térmico do suco-pronto-para-beber (*ready-to-drink*)

Para se avaliar a estabilidade de cada aroma natural (I, II, III e IV) ao tratamento térmico, as formulações A, B, C, e D em condições pré e pós-processamento térmico foram avaliadas tanto através de testes afetivos utilizando-se equipes distintas de 112 e 106 consumidores, respectivamente, como por Análise Descritiva Quantitativa - ADQ - (STONE *et al*, 1974), utilizando-se uma equipe de 12 provadores treinados. Os testes sensoriais aplicados ocorreram em condições similares às aquelas anteriormente descritas (itens 3.3.1 e 3.3.2).

Os valores hedônicos das formulações A, B, C e D antes e pós-processamento asséptico foram comparados entre si através de ANOVA, teste t-Student - para amostras independentes e número distinto de consumidores, e os perfis sensoriais, através de Análise de Componentes Principais, ANOVA e Tukey. Todas as análises estatísticas foram realizadas utilizando-se o programa estatístico SAS (2000), versão 8,0.

3.5. Impacto dos aromas naturais sobre a estabilidade sensorial do suco pronto-para-beber (*ready-to-drink*) em função do armazenamento da bebida

3.5.1. Análise Sensorial

Após o processamento, as formulações de suco de laranja pronto para beber foram submetidas a um estudo de estabilidade sensorial durante período de 90 dias. Neste estudo, além das quatro formulações descritas acima (A, B, C e D), uma amostra comercial (H) de suco de laranja pronto para beber, a partir de 21 dias de armazenamento, foi também avaliada. Assim, o estudo de estabilidade incluiu a avaliação de cinco amostras.

Dois aspectos foram avaliados ao longo do período de armazenamento do suco (0, 20, 40, 60 e 90 dias) à temperatura ambiente, quais sejam: i) a variação do perfil sensorial das amostras e, ii) a aceitação dos produtos junto aos consumidores. Esses testes foram realizados em condições similares às aquelas anteriormente descritas, com exceção da iluminação vermelha utilizada nas cabines nos testes de aceitação, para evitar que possíveis diferenças na aparência das amostras influenciassem a avaliação dos consumidores. Nos testes com consumidores também foi avaliada a aceitação do suco com relação ao seu aroma e sabor, como também a intenção de compra pelo consumidor, conforme mostra a ficha apresentada na Figura 11. Durante todo o período de estudo de estabilidade, as quatro formulações (A, B, C, D) em condições pós processamento e a amostra comercial (H) foram avaliadas por uma mesma equipe de consumidores, formada por aproximadamente 40 dos 106 consumidores que participaram do teste descrito no item 3.4.

Para cada lote de suco processado, metade das amostras foi armazenada em câmara fria, a -10°C , as quais foram utilizadas como amostras-controle nas avaliações sensoriais. Assim, a partir dos 20 dias de armazenamento, em todas as avaliações sensoriais, quer hedônicas, quer descritivas, foi também avaliada uma amostra controle correspondente a cada formulação, de forma a produzir maior discriminação nos testes sensoriais que avaliaram a perda de qualidade sensorial

dos produtos, conforme recomenda a ASTM (1993). À medida que cada amostra atingia média de aceitação igual ou inferior a 5 (nem gostei / nem desgostei), a mesma era eliminada do experimento.

Nome: _____ Data: _____ Sessão: _____

Você está recebendo amostras codificadas de **SUCO DE LARANJA** industrializado. Por favor, avalie cada amostra e, utilizando a escala abaixo, indique o número correspondente à resposta que expresse o quanto você gostou ou desgostou de cada amostra **DE MODO GERAL** e com relação ao **AROMA** e **SABOR** da mesma.

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

AMOSTRA	RESPOSTA		
	MODO GERAL	AROMA	SABOR

Agora, com base na sua opinião sobre cada amostra, indique, utilizando a escala abaixo, sua atitude caso você encontrasse cada uma à venda. **Se eu encontrasse este SUCO DE LARANJA à venda, eu:**

5 - certamente compraria	AMOSTRA	RESPOSTA
4 - possivelmente compraria	_____	_____
3 - talvez comprasse/talvez não comprasse	_____	_____
2 - possivelmente não compraria	_____	_____
1 - certamente não compraria	_____	_____

MUITO OBRIGADA POR SUA COLABORAÇÃO!

FIGURA 11. Ficha utilizada no teste de consumidor para avaliação do impacto dos aromas naturais sobre a estabilidade sensorial do suco pronto para beber em função do armazenamento da bebida.

Para avaliação da reprodutibilidade de todo o processo de elaboração das amostras, a cada tempo de avaliação, os três lotes da formulação A (replicatas) foram submetidos a um teste e diferença do controle (MEILGAARD *et al*, 1987)

para verificar se havia diferença sensorial significativa ($p \leq 0,05$) entre eles. Neste teste, as amostras eram avaliadas pelos provadores da equipe sensorial descritiva, utilizando-se a ficha apresentada na Figura 12. Não ocorrendo diferença significativa ($p \leq 0,05$), seriam utilizadas amostras de quaisquer dos três lotes da formulação A para as avaliações sensoriais. Se, ao contrário, fosse detectada diferença significativa ($p \leq 0,05$) entre os lotes, os mesmos seriam avaliados separadamente, o que, felizmente, não ocorreu no presente estudo. Para a realização desse teste, o lote 3 da formulação A, por sorteio, foi definido como amostra padrão para todos os testes de diferença do controle realizados no decorrer do período de estudo.

Nome: _____		Data: ____/____/____	
Você está recebendo uma amostra padrão (P) e três amostras codificadas de suco de laranja reconstituído. Prove a amostra padrão e em seguida prove cada uma das amostras codificadas e avalie na escala abaixo, o quanto cada amostra codificada difere, em termos globais da amostra padrão.			
0 Nenhuma diferença			
1	Amostra		Grau de Diferença
2 Ligeiramente diferente			
3	_____		_____
4 Moderadamente diferente			
5	_____		_____
6 Muito diferente			
7	_____		_____
8 Extremamente diferente			
Comentários: _____			

FIGURA 12. Ficha utilizada no teste de diferença do controle realizado para verificar a existência de diferença significativa ($p \leq 0,05$) entre as amostras dos três lotes da formulação A.

Os resultados obtidos na avaliação dos sucos durante o armazenamento foram analisados através de regressão linear da variável “aceitação” em função do “tempo de armazenamento”. Desta forma, para cada formulação de suco, foi possível estimar-se a taxa de queda da qualidade sensorial, conforme recomendam LABUZA e SCHMIDL (1988) e ASTM (1993). Em complementação, em cada tempo de armazenamento, foi também realizada ANOVA e teste de média Tukey, para estimar-se diferenças ($p \leq 0,05$) entre as amostras.

O mesmo procedimento foi utilizado para análise dos resultados obtidos na avaliação de cada atributo sensorial descritivo. Análise de Componentes Principais (ACP) foi também realizada com os resultados do conjunto de amostras no tempo inicial de armazenamento, bem como de cada amostra ao longo do tempo.

Em complementação, análises físico-químicas, com possíveis correlações com as alterações sensoriais no suco de laranja, foram realizadas com a mesma periodicidade. Os procedimentos adotados para a realização dessas análises estão descritos nos itens a seguir.

Análises de correlação de Pearson foram realizadas entre os atributos sensoriais descritivos, bem como entre esses atributos e os resultados obtidos nas avaliações hedônicas e físico-químicas.

3.5.2. Análises Físico-químicas

Paralelamente ao estudo de estabilidade sensorial, com a mesma periodicidade, as quatro formulações de suco elaboradas nesta pesquisa (A, B, C e D) foram também submetidas às seguintes análises físico-químicas: i) determinação de ácido ascórbico (AOAC, 1984, adaptado por BENASSI, 1990) e ii) índice de escurecimento (MEYDAV *et al*, 1977). Todas as análises foram realizadas em triplicata.

Para cada amostra, em cada tempo, foram calculados média e desvio padrão e, analogamente aos resultados sensoriais, análise de regressão em função do tempo foi realizada.

Índice de escurecimento

Para a avaliação do escurecimento não enzimático das amostras, utilizou-se a metodologia descrita por MEYDAV *et al* (1977). Esta metodologia consiste

em uma rápida etapa de clarificação da amostra, seguida da leitura de sua absorbância a 420nm. A leitura da absorbância corresponde diretamente ao índice de escurecimento e foi realizada em espectrofotômetro da marca Beckman, modelo DU-70.

A clarificação da amostra consiste de sua centrifugação a 2000 rpm por 20 minutos, seguida da diluição do sobrenadante em álcool a 95%, na proporção de 1:1, sendo esta solução finalmente filtrada em filtro de papel Whatman nº 42.

Determinação de Ácido Ascórbico

O ácido ascórbico de cada amostra, durante os períodos de armazenamento estudados foram determinados por titulação, tendo a solução de 2,6-diclorobenzenoindofenol de sódio como indicador, conforme metodologia descrita pela AOAC (1984), adaptada por BENASSI (1990).

3.6. Identificação dos Compostos Voláteis Odoríferos Presentes no Aroma III

Com base nos resultados obtidos no estudo de estabilidade, selecionou-se o aroma III, que havia sido adicionado na formulação C (itens 3.1.2 e 3.2), para avaliação da importância odorífera dos compostos voláteis nele presentes. Assim, o mencionado aroma, recém-produzido, foi inicialmente analisado através de cromatografia gasosa (CG), seguindo-se análise CG-olfatométrica e, finalmente, os voláteis de importância odorífera foram identificados por CG-espectrometria de massas (CG-EM), utilizando-se técnicas e procedimentos descritos a seguir.

3.6.1. Cromatografia Gasosa de Alta Resolução (CG-DIC)

O aroma III foi analisado em um cromatógrafo gasoso da marca Varian, modelo 3600, equipado com detector de ionização de chama (DIC) e acoplado ao

software Star Chromatography Workstation - Varian, versão 4.5. Os compostos voláteis foram separados em coluna capilar de sílica fundida (30 m x 0,252 mm x 0,25 μ m), de fase estacionária apolar - DB1 (JW-Scientific). As condições cromatográficas fundamentaram-se em estudos anteriores desenvolvidos por BETTINI (1995) e GARCIA (2000), bem como na realização de testes preliminares. Assim, as condições cromatográficas utilizadas nesta pesquisa foram:

- gás de arraste: hidrogênio, com fluxo inicial de 1,2 mL/min;
- injeção direta do aroma;
- injetor do tipo *split/splitless*, no modo *split*, razão 1:100
- temperatura do detector: 250°C
- temperatura do injetor: 220°C
- volume de injeção: 3 μ L
- programação de temperatura: inicial de 40°C, elevada até 190°C a uma taxa de 4°C/min e mantida nessa temperatura por 17,5 minutos.

Determinação dos Índices de Kováts

Para determinação dos Índices de Kováts de cada pico cromatográfico do aroma III, foi realizada a co-injeção da amostra e de uma solução de alcanos (C8-C19, Sigma), preparada em hexano. As condições cromatográficas foram as mesmas descritas anteriormente, sendo os índices de Kováts obtidos conforme Ettre (1964).

3.6.2. Cromatografia Gasosa-olfatometria (OSME)

Com o objetivo de verificar quais eram os compostos voláteis de importância odorífera para a formulação C de suco de laranja pronto para beber, o efluente cromatográfico do aroma III foi submetido à avaliação sensorial através

da técnica olfatométrica **OSME** (DA SILVA *et al.*, 2004; GARRUTTI *et al.*, 2003; GARCIA, 2000; DA SILVA *et al.*, 1994; MIRANDA-LOPEZ *et al.*, 1992; MCDANIEL *et al.*, 1990).

Assim, para a avaliação olfatométrica dos compostos voláteis do aroma III, primeiramente a coluna cromatográfica foi desconectada do detector de ionização de chama (DIC) e conectada em uma segunda base aquecedora, na qual encontrava-se fixo um tubo de vidro em forma de T (70 x 0,8 cm) previamente silanizado (com trimetilclorosilano 98%, Acros Organics). Através do tubo, promoveu-se a passagem de um fluxo de 3,5 L/min de ar sintético advindo de um cilindro. O ar era previamente umidificado, aquecido a 28°C e purificado pela passagem em carvão ativado (Figuras 1A e 12). Desta forma, após separação na coluna cromatográfica, os compostos voláteis eram misturados com o ar umidificado e submetidos à avaliação sensorial por um indivíduo (Figura 12).

A separação dos voláteis foi realizada através do mesmo cromatógrafo gasoso Varian, modelo 3600, e das condições cromatográficas descritas anteriormente.

Treinamento da Equipe de Julgadores

Cinco julgadores (quatro mulheres e um homem), alunos voluntários de pós-graduação da Faculdade de Engenharia de Alimentos, da UNICAMP – Universidade Estadual de Campinas, Campinas (SP), com idade entre 25 e 33 anos, participaram das avaliações CG-olfatométricas do aroma III, utilizando-se a técnica Osme. Dois julgadores haviam participado de estudos anteriores envolvendo tanto análises descritivas de produtos alimentícios, como avaliações olfatométricas utilizando a técnica Osme. Os demais julgadores haviam participado apenas de equipes sensoriais descritivas.

Inicialmente, todos os julgadores participaram de quatro sessões de treinamento, as quais consistiram-se na familiarização dos mesmos com a amostra (aroma III) e com a técnica olfatométrica – respiração, associação dos

odores a descritores, registro da intensidade dos odores, etc. Adicionalmente, cada julgador participou de uma sessão sensorial, que consistiu na avaliação olfativa das amostras referências relacionadas na Tabela 2. O uso dessas referências teve como objetivos: auxiliar os julgadores com relação à memória olfativa, gerar um glossário descritivo mais consensual e aumentar a habilidade dos julgadores em atribuir, de forma rápida, descritores aos odores presentes no efluente cromatográfico. As amostras referências incluíram produtos que melhor representavam os odores percebidos com maior frequência nas primeiras sessões de treinamento.



FIGURA 13. Julgador avaliando efluente cromatográfico através da técnica Osme – Laboratório Central Instrumental – Departamento de Alimentos e Nutrição – Faculdade de Engenharia de Alimentos – UNICAMP, Campinas, SP.

Após todos os julgadores terem realizado todas as avaliações olfatométricas do Aroma III, foi avaliado o desempenho e o grau de consenso de cada julgador com a equipe, comparando-se os aromagramas médios dos julgadores com relação aos seguintes parâmetros: regiões de compostos odoríferos percebidos, número de picos odoríferos percebidos, uso da escala de intensidade e importância odorífera dos compostos atribuída por cada julgador. Adicionalmente, a reprodutibilidade de cada julgador foi avaliada através do cálculo dos desvios padrões associados às intensidades máximas dos odores percebidos.

TABELA 2. Amostras referências utilizadas no treinamento da equipe de julgadores que avaliaram o aroma III através da técnica OSME.

Possível Descritor	Referências	Forma de Apresentação das Amostras aos Julgadores
Cítrico/ laranja	Óleo essencial de laranja	Em fita de papel especial para avaliação olfativa*
Cítrico/ tangerina	Casca de tangerina Ponkan	Fruta <i>in natura</i>
Cítrico/ limão	- Casca de limão Tahiti - suco de limão Tahiti	- Casca: fruta <i>in natura</i> - Suco: 30 mL em copo do tipo tulipa, tampado com vidro de relógio;
Cítrico	Padrão de limoneno - essência oleosa de laranja (<i>oil phase</i>)	Em fita de papel especial para avaliação olfativa*
Cidreira	- Folha capim cidreira - chá de cidreira	- Folha: <i>in natura</i> - Chá: 30 mL em copo do tipo tulipa, tampado com vidro de relógio
Melissa	- Folha de melissa - chá de melissa	- Folha: <i>in natura</i> - Chá: 30 mL em copo do tipo tulipa, tampado com vidro de relógio
Erva-doce	Chá de erva-doce	30 mL em copo do tipo tulipa, tampado com vidro de relógio
Hortelã	Chá de hortelã	30 mL em copo do tipo tulipa, tampado com vidro de relógio
Camomila	Chá de camomila	30 mL em copo do tipo tulipa, tampado com vidro de relógio
Eucalipto	Padrão de citronelal	Em fita de papel especial para avaliação olfativa*
Banana	Padrão de acetato de isoamila (padrão interno)	Em fita de papel especial para avaliação olfativa*

*Fornecida pela empresa IFF Essências e Fragrâncias Ltda (Taubaté, SP).

Coleta dos Dados Olfatométricos do Aroma III

Após o período de treinamento, os cinco julgadores avaliaram o efluente cromatográfico do aroma III, em três repetições.

Para não causar fadiga sensorial nos julgadores, cada análise olfatométrica do efluente cromatográfico foi realizada em duas sessões distintas de avaliação: a primeira sessão correspondeu aos compostos eluídos entre 0 e 31 minutos de

tempo de retenção e a segunda compreendeu os tempos de retenção entre 31 e 55 minutos.

Para a coleta, armazenamento e análise dos dados gerados pelos julgadores, foi utilizado o software intitulado **SCDTI** – Sistema de Coleta de Dados Tempo-Intensidade (DA SILVA, 1999). Este software foi desenvolvido pelas Faculdades de Engenharia de Alimentos – FEA - e Engenharia Elétrica, ambas da UNICAMP, por meio da Empresa Júnior JrEEE e adaptado às condições de análises CG-olfatométricas pela Faculdade de Engenharia da Computação, através da CONPEC – Consultoria, Projetos e Estudos em Computação – Empresa Jr, sob a orientação de pesquisadores do Laboratório de Análise Sensorial da FEA – UNICAMP, conforme relatado por DA SILVA (1999). Com o auxílio de um *mouse* conectado a um computador equipado com o software SCDTI, o julgador registrava tanto a **intensidade** como o **tempo** durante o qual ele/ela percebia cada estímulo olfativo em uma escala apresentada no monitor de um computador (Figura 12). Simultaneamente, o julgador descrevia para o analista sensorial, a **qualidade** do odor percebido (floral, cítrico, etc). Para a avaliação da intensidade de cada odor, utilizou-se uma escala híbrida de 9 pontos, ancorada nos extremos esquerdo e direito com os termos de intensidade “nenhum” e “muito”, respectivamente, e “moderada” ao meio da escala (ALVES, 2004; GARCIA, 2000; DA SILVA, 1999). Após cada análise, o software SCDTI integrava os dados sensoriais coletados, fornecendo, para cada volátil odorífero, um pico de odor, do qual era possível obter-se as seguintes informações: i) a duração da percepção do odor de cada composto volátil, ou seja, os tempos inicial e final que o provador pôde sentir um determinado odor no efluente cromatográfico; ii) a intensidade máxima do odor; iii) a área sob o pico odorífero e, iv) um aromagrama similar ao cromatograma (Figura 1B), no qual picos com maior altura e/ou maior área indicam compostos de maior significância odorífera no efluente cromatográfico.

Com o objetivo de auxiliar a localização dos odores percebidos no aromagrama, acetato de isoamila foi adicionado ao aroma III (20 µL/mL aroma) como um padrão interno de odor, conforme sugerido por GARRUTTI *et al* (2003).

Este composto foi escolhido por estar ausente na amostra, não coeluir com nenhum composto da mesma, além de apresentar odor bem característico (banana, esmalte) e bem distinto dos odores descritos em amostras provenientes de laranja.

Análise Estatística dos Dados Olfatométricos

Com os dados olfatométricos gerados por cada julgador em cada uma das triplicatas realizadas, foi construído um aromagrama médio de cada indivíduo. Nesses aromagramas médios de cada indivíduo, foram incluídos apenas os picos reportados pelo menos em duas repetições. Da mesma forma, um aromagrama representativo da equipe sensorial foi gerado a partir dos odores reportados no mínimo duas vezes por, pelo menos, dois julgadores. Este critério foi adotado com base na teoria de Detecção de Sinal (Goldstein, 1989), que estabelece que um julgador que adota um critério liberal, tende a reportar muitos sinais quando eles realmente existem; no entanto, seu julgamento resulta também em muitos falsos alarmes, ou seja, o julgador reporta muitos estímulos que não existem. Assim, para se evitar um aromagrama consensual composto por picos representando falsos alarmes, decidiu-se considerar como pico de odor, apenas aqueles estímulos reportados pelo menos duas vezes por cada julgador e presentes nos aromagramas médios individuais de pelo menos dois julgadores. Vale dizer que este critério produz um aromagrama consensual da equipe bastante conservador, ou seja, a probabilidade do mesmo conter “falsos” picos odoríferos é extremamente reduzida.

Na seqüência, o aromagrama consensual gerado foi comparado ao cromatograma do aroma III, sendo realizada a identificação dos voláteis responsáveis por cada pico de odor do aromagrama.

Para auxiliar na comparação entre o cromatograma e o aromagrama, foram calculados os índices de Kováts de cada pico de odor. Para o cálculo desses índices, foram utilizados os tempos correspondentes à intensidade máxima de cada odor percebido e os tempos de retenção dos alcanos obtidos por CG-DIC.

3.6.3. Cromatografia Gasosa-Espectrometria de Massas (CG-EM)

A identificação dos compostos voláteis odoríferos presentes no aroma III foi realizada utilizando-se um cromatógrafo gasoso Shimadzu modelo CG17A (Kyoto, Japão) acoplado a um espectrômetro de massas da marca Shimadzu, modelo QP5000. A fonte de ionização por impacto de elétrons foi de 70 eV e varredura foi realizada entre 35 e 350 m/z .

Os espectros de massas foram obtidos em duas colunas de diferentes polaridades: DB-Wax (30 m x 0,25 mm x 0,25 μm) e DB1 (30 m x 0,252 mm x 0,25 μm). Foram utilizadas as seguintes condições analíticas:

i) para a coluna DB-1: o gás de arraste foi Hélio, com fluxo de 1,3 mL/min; temperaturas de injetor e detector, de 230°C e 240°C, respectivamente; injetor do tipo *split/splitless*, no modo *split*, razão 1:100; volume de injeção, 1,0 μL ; programação de temperatura: inicial de 40°C que foi elevada até 240°C a 2°C/min, sendo mantida nessa temperatura por 20 minutos.

ii) para a coluna DB-Wax: o gás de arraste foi Hélio, com fluxo de 1,5 mL/min; temperaturas de injetor e detector, de 240°C e 250°C, respectivamente; injetor do tipo *split/splitless*, no modo *split*, razão 1:100; volume de injeção, 1,0 μL ; programação de temperatura: inicial de 40°C, mantida durante 15 min; elevação a taxa de 2°C/min até 210°C, temperatura em que foi mantida por 10 minutos; aumento até a temperatura final de 220°C a 10°C/min, na qual foi mantida durante 35 min.

A identificação dos compostos voláteis foi realizada através da comparação dos espectros de massas obtidos experimentalmente com os disponíveis na biblioteca do instrumento (National Institute of Standard and Technology, NIST, 1992).

Para auxiliar na identificação, os valores de índices de Kováts, obtidos experimentalmente nas duas colunas (DB-1 E DB-WAX), foram comparados aos da literatura (NJORGE *et al*, 2005a, 2005b; ACREE e ARN, 2004; BRAT *et al*, 2003; GANCEL *et al*, 2003; MINH TU *et al*, 2002; LOTA *et al*, 2001; DAVIES, 1990; ADAMS, 1989; JENNINGS e SHIBAMOTO, 1985).

Os compostos foram considerados ***tentativamente identificados*** quando a identificação foi baseada somente nos dados de espectrometria de massas.

Adicionalmente, padrões puros foram analisados através de CG-EM nas mesmas condições anteriormente descritas. Os espectros gerados, bem como seus índices de Kováts, foram utilizados para a ***identificação positiva*** dos voláteis odoríferos de interesse deste estudo.

4. RESULTADOS

4.1. Impacto dos aromas naturais sobre a aceitação e o perfil sensorial do suco de laranja pronto para beber

4.1.1. Aceitação

A Tabela 3 apresenta as médias de aceitação das quatro amostras de suco de laranja pronto para beber, formuladas com os aromas cítricos naturais I, II, III e IV e avaliadas antes do processamento térmico. Adicionalmente, a Tabela 3 apresenta também as médias de aceitação das quatro amostras de sucos comerciais incluídas na presente pesquisa (E, F, G e H). Conforme pode ser observado, à exceção do suco formulado com o aroma contendo essência oleosa (formulação B), todos os demais sucos contendo aromas naturais obtiveram aceitação significativamente maior ($p \leq 0,05$) que os sucos comerciais.

Os sucos contendo óleo essencial, quais sejam, as amostras A, C e D, obtiveram valores médios de aceitação próximos a 7 (sete), que corresponde à categoria “gostei moderadamente” na escala hedônica utilizada. Os demais sucos obtiveram médias de aceitação entre 5,0 e 6,0, ou seja, entre as categorias “nem gostei/nem desgostei” e “gostei ligeiramente”.

Esses resultados sugerem não só que os aromas naturais utilizados no presente estudo apresentavam boa qualidade sensorial como também que os compostos voláteis provenientes da essência oleosa contribuem menos que aqueles provenientes das demais frações estudadas para aumentar a aceitação do suco de laranja. Este é um resultado interessante e, por ter sido obtido com a participação de número elevado de consumidores (112 indivíduos), as indústrias cítricas brasileiras devem levar em consideração em suas formulações de suco industrializado.

Quando os resultados gerados pelos 112 consumidores foram analisados através da técnica estatística intitulada Mapa Interno de Preferência (MDPREF), a qual permite identificar a preferência individual de cada um dos consumidores que realizou o teste, obteve-se a Figura 14. As dimensões de preferência 1 e 2 do MDPREF explicam 45,7% da variação entre as amostras no que se refere à preferência dos consumidores, valor comparável com aqueles encontrados em outros estudos (VILLANUEVA, 2003; GARCIA, 2000; BEHRENS *et al*, 1999; JAEGER *et al*, 1998; DAINLLANT-SPINLER *et al*, 1996). Nessa figura, as amostras estão representadas como elipses de 95% de confiança (Figura 14A), e cada consumidor está representado por um número que varia entre 1 e 112 (Figura 14B). Devido ao grande número de amostras e consumidores envolvidos, os mesmos estão representados em figuras separadas, porém, o leitor deve analisar as Figuras 14A e 14B como espaços que se superpõem.

TABELA 3. Médias de aceitação de suco de laranja pronto para beber (n= 112 consumidores)

FORMULAÇÕES EM CONDIÇÕES PRÉ-PROCESSAMENTO	AROMAS CÍTRICOS NATURAIS ADICIONADOS	ACEITAÇÃO ¹
A	I (óleo essencial de laranja)	6,4 ^{ab}
B	II (frações destiladas de essência oleosa de laranja)	5,9 ^{bc}
C	III (I + II + frações destiladas de óleo essencial de laranja)	6,6 ^a
D	IV (III + frações destiladas de essência aquosa de laranja)	6,7 ^a
E	Formulação comercial	5,6 ^{cd}
F	Formulação comercial	5,7 ^{cd}
G	Formulação comercial	5,1 ^d
H	Formulação comercial	5,5 ^{cd}

¹ 1= desgostei extremamente, 5= nem gostei/nem desgostei, 9= gostei extremamente. Médias com letras em comum indicam amostras que não diferem significativamente entre si, a p ≤ 0,05.

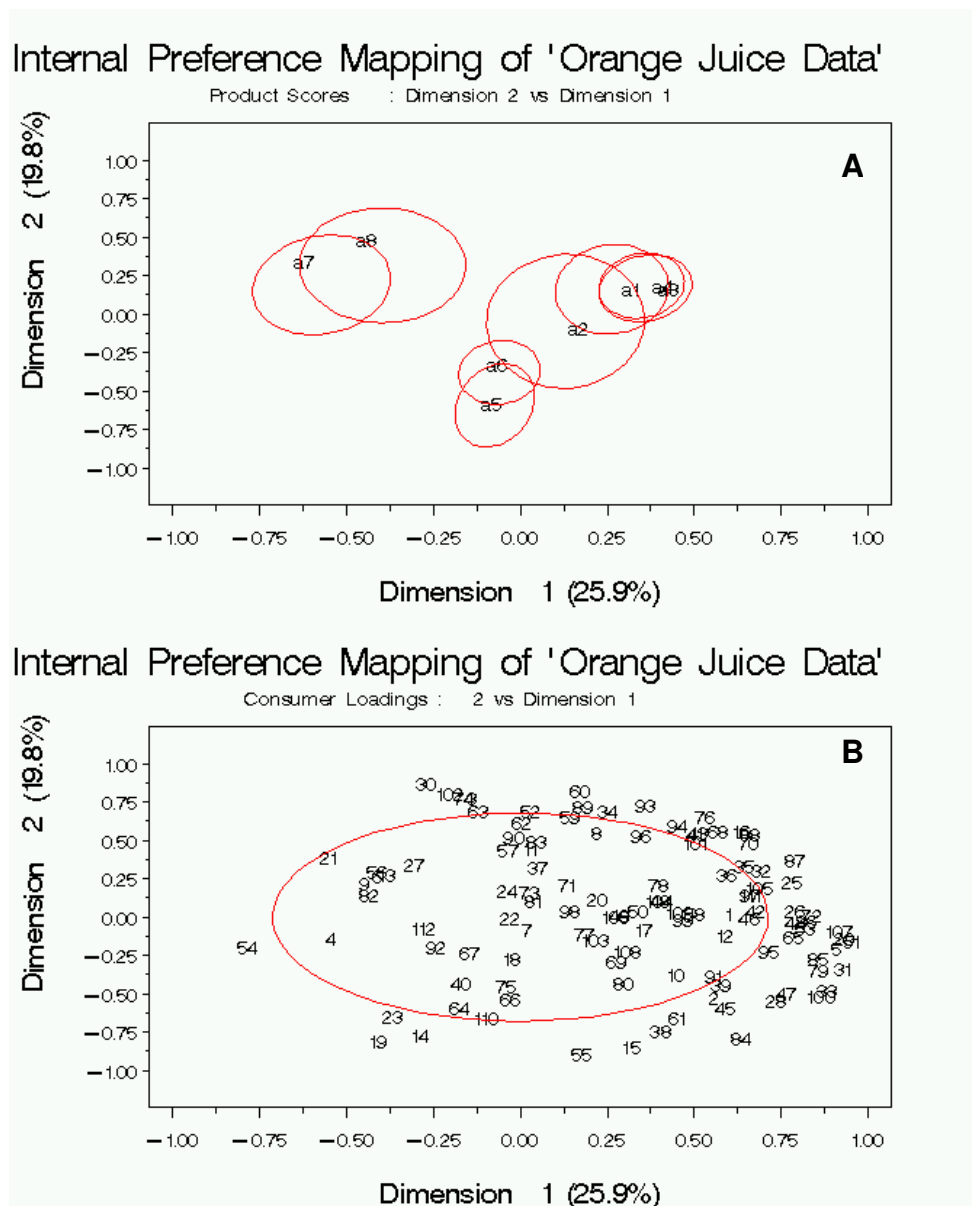


FIGURA 14 A. Dimensão das amostras do MDPREF de suco de laranja pronto para beber (a1 = A; a2 = B; a3 = C; a4 = D), em condições pré-processamento térmico; a5, a6, a7 e a8 = amostras comerciais (E, F, G e H, respectivamente); **B.** Dimensões dos consumidores do MDPREF de suco de laranja pronto para beber.

No MDPREF, amostras que obtiveram preferências similares entre os consumidores, encontram-se próximas entre si e, por sua vez, cada consumidor encontra-se próximo da(s) amostra(s) de sua preferência. Assim, analisando-se a Figura 14, observa-se que a maioria dos consumidores encontra-se à direita do MDPREF sugerindo que as amostras localizadas mais à direita do mapa, quais

sejam, amostras A, C e D, contendo óleo essencial e/ou suas frações, foram as preferidas desses consumidores. Por sua vez, dois sucos comerciais (E e F) obtiveram preferência intermediária e outros dois (G e H) foram os menos preferidos pela maioria dos consumidores. A amostra B, contendo apenas frações destiladas de essência oleosa, aparece situada entre dois grupos de amostras, aquele formado pelas amostras A, C e D e o outro grupo formado pelas amostras E e F, sugerindo que ela obteve preferência intermediária entre os dois grupos de amostras anteriormente citados.

No MDPREF, os consumidores alocados fora da elipse de confiança graficada no centro da figura, são aqueles que apresentaram correlações significativas ($p = 10\%$) de seus valores hedônicos com as duas primeiras dimensões de preferência do MDPREF; ou seja, esses consumidores demonstraram, através da escala hedônica, preferências claras / marcantes com relação às amostras de suco avaliadas. A Tabela 4 mostra o número de consumidores significativamente ajustados ($p = 10\%$) em cada quadrante do plano formado pelas duas primeiras dimensões de preferência do MDPREF.

TABELA 4. Número de consumidores de suco de laranja significativamente ajustados ($p \leq 0,10$) pelas duas primeiras dimensões de preferência em cada quadrante do plano cartesiano.

Quadrante	Superior Direito	Superior Esquerdo	Inferior Esquerdo	Inferior Direito	Total
Consumidores ajustados	24	4	5	22	55
% de consumidores ajustados	43,6	7,3	9,1	40	100

Analisando-se conjuntamente os resultados mostrados no MDPREF (Figura 14) e na Tabela 4, observa-se que dentre os consumidores ajustados, cerca de 44% encontram-se alocados no quadrante superior direito do mapa, região correspondente à localização das amostras A, C e D. Sendo assim, pode-se dizer que esses consumidores tiveram suas preferências individuais claramente

definidas pelas três amostras – A, C e D. Uma vez que essas três amostras contêm aromas formulados com frações de óleo essencial, analogamente aos resultados da Tabela 3, esses resultados sugerem contribuição positiva da adição dos voláteis desse subproduto à aceitação do suco de laranja.

Apenas 7,3% dos consumidores ajustados encontram-se alocados no mesmo quadrante onde se localizam as amostras comerciais G e H (quadrante II), sugerindo baixa preferência dessas amostras junto aos consumidores em geral. Esses resultados sugerem também que, a despeito dos sucos prontos para beber (*ready-to-drink*) atualmente comercializados no mercado varejista nacional estarem sendo bem aceitos entre os consumidores, suas características sensoriais e competitividade podem ser significativamente melhoradas se melhores aromas naturais forem adicionados durante o processamento para recuperação do sabor desses produtos.

Cerca de 9% dos consumidores ajustados estão localizados no quadrante inferior esquerdo do mapa, indicando preferência pelas outras duas amostras comerciais, E e F.

Finalmente, 40% dos consumidores ajustados localizam-se no quadrante inferior direito do mapa sugerindo que esses consumidores dividiram suas preferências entre as amostras A, B, C, D, E e F. Por situar-se mais ao centro do MDPREF, a amostra contendo essência oleosa (amostra B), obteve preferência menor entre esses consumidores do que as amostras A, C e D.

Com relação aos consumidores não ajustados, os mesmos representam 50,9% do total de consumidores (Tabela 4) que avaliaram as amostras de suco de laranja. Trabalhos anteriores realizados pelo presente grupo de pesquisa (NORONHA, 2003; BEHRENS, 1998) verificaram que esse tipo de consumidor tem como padrão de resposta, gostar igualmente de todas as amostras, não apresentando uma preferência clara com relação a nenhuma delas.

4.1.2. Perfil Sensorial

Dos treze provadores que participaram do treinamento e seleção para compor a equipe sensorial descritiva, doze foram selecionados (provadores 1 a 12). Os níveis de significância de F , para amostra e repetição, bem como as médias de intensidade de cada atributo sensorial, gerados por cada provador, estão apresentados nos Anexos 1 e 2. Foi realizado um retreinamento dos provadores, ou de alguns deles, em atributos sensoriais em que se observou desempenho não satisfatório, na etapa de seleção.

As Figuras 15 e 16 apresentam, respectivamente, a lista de definições dos atributos com as respectivas amostras-referência e a ficha de avaliação descritiva consensualmente desenvolvida neste estudo para caracterizar as amostras de suco de laranja.

A Figura 17 mostra o gráfico, resultante de uma Análise de Componentes Principais (ACP), que representa o perfil sensorial das amostras A, B, C, D, F e H, gerado pela equipe de doze provadores treinados que participou da presente pesquisa. Observa-se que as duas primeiras dimensões da ACP (Figura 17) explicaram cerca de 73% da variação que ocorre entre as amostras. Nessa Figura, as amostras estão representadas através de triângulos codificados com letras de A a H, dos quais cada vértice representa uma das três repetições de avaliação realizadas pela equipe sensorial. Os atributos sensoriais estão representados através de vetores. Amostras com perfis sensoriais similares encontram-se em regiões próximas entre si na figura. Por sua vez, vetores mais longos sugerem ser atributos de maior importância para a discriminação das amostras entre si. Cada amostra encontra-se próxima daquele atributo (vetor) que a caracteriza. Assim, a amostra H (suco comercial) é aquela cujo perfil sensorial mais se distingue das demais amostras, sendo caracterizada pela maior intensidade dos atributos *aroma e sabor de suco velho*, e *aroma e sabor cozido*, a despeito da amostra ter sido armazenada por apenas um mês após sua fabricação. A Tabela 5 confirma essa ocorrência, que certamente esclarece os motivos que levaram essa amostra a ser uma das menos aceitas pelos consumidores (Tabela 3 e Figura 14).

Dos atributos avaliados, aromas e sabores de *suco velho* e *cozido* e sabor de *suco natural* foram aqueles que mais discriminaram as 6 amostras entre si. As amostras B e F, por se situarem mais à direita e na parte superior do primeiro quadrante da Figura 17, caracterizam-se por apresentar maiores intensidades de aroma e sabor de *casca de laranja*, sabor *picante* e aroma e gosto *ácido*, o que pode de fato ser confirmado na Tabela 5. Essas ocorrências possivelmente explicam porque essas duas amostras não obtiveram preferência tão alta pelos consumidores como as amostras A, C e D, que também apresentam essas notas de aroma e sabor, porém em intensidades ligeiramente menores.

TABELA 5. Médias de intensidade e desvios padrões (DP) dos atributos sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber pré-processamento.

Atributo	Amostra / Intensidade ¹					
	A	B	C	D	F	H
Aroma						
Doce	4,3 ^{ab} ±2,5	5,6 ^a ±0,2	4,7 ^{ab} ±2,5	5,0 ^{ab} ±2,5	4,8 ^{ab} ±2,6	3,8 ^b ±2,4
Cozido	3,2 ^b ±2,7	2,2 ^{bcd} ±0,0	1,7 ^d ±2,3	2,9 ^{bc} ±2,7	1,9 ^{cd} ±2,4	6,1 ^a ±2,7
Ácido (Pungência)	3,2 ^{ab} ±2,5	3,5 ^a ±0,0	3,4 ^a ±2,5	2,9 ^{ab} ±2,0	3,5 ^a ±2,0	2,0 ^b ±1,8
Casca de Laranja	3,4 ^b ±2,8	4,7 ^b ±0,7	4,8 ^b ±2,5	3,5 ^b ±2,0	6,5 ^a ±1,9	1,8 ^c ±1,8
Suco Velho	1,0 ^b ±1,5	0,6 ^b ±0,0	0,5 ^b ±1,4	0,8 ^b ±1,7	0,6 ^b ±0,8	5,8 ^a ±2,7
Gosto						
Doce	5,0 ^a ±2,6	4,2 ^a ±0,0	4,8 ^a ±2,6	5,0 ^a ±2,8	4,7 ^{ab} ±2,3	3,1 ^b ±2,6
Ácido	4,3 ^{ab} ±1,9	5,1 ^a ±1,0	4,6 ^b ±2,4	4,7 ^{ab} ±2,0	5,0 ^a ±2,2	3,6 ^b ±2,5
Residual Amargo	3,4 ^a ±2,6	4,3 ^a ±0,0	4,0 ^a ±3,0	3,5 ^a ±2,6	4,3 ^a ±2,7	4,1 ^a ±2,8
Sabor						
Suco Natural	3,5 ^a ±2,8	3,5 ^a ±0,0	3,9 ^a ±2,7	3,1 ^a ±2,6	3,9 ^a ±3,0	0,8 ^b ±1,3
Cozido	2,4 ^b ±2,5	1,9 ^b ±0,0	1,9 ^b ±2,4	2,4 ^b ±2,5	1,8 ^b ±2,3	5,2 ^a ±3,0
Casca de Laranja	5,0 ^b ±2,3	6,5 ^a ±2,5	5,9 ^{ab} ±1,9	5,3 ^{ab} ±1,8	6,4 ^a ±2,2	2,9 ^c ±2,5
Suco Velho	0,7 ^b ±1,3	0,6 ^b ±0,0	0,4 ^b ±0,7	0,7 ^b ±1,4	0,4 ^b ±0,7	5,0 ^a ±3,2
Picante	4,5 ^{ab} ±2,5	5,4 ^a ±0,0	4,8 ^{ab} ±2,2	5,0 ^{ab} ±2,5	5,5 ^a ±2,5	3,8 ^b ±2,8
Textura						
Corpo	4,9 ^a ±1,7	4,7 ^a ±0,5	4,6 ^a ±2,0	5,3 ^a ±2,0	5,3 ^a ±1,7	3,4 ^b ±2,3

¹ 0 = nenhum / fraco / pouco; 9 = forte / muito. Amostras com médias com letras em comum numa mesma linha não diferem significativamente entre si (p ≤ 0,05).

ATRIBUTOS PARA AVALIAÇÃO SENSORIAL DESCRITIVA DE SUCO DE LARANJA

APARÊNCIA:

ESCURECIMENTO: presença da cor marrom no suco de laranja.

NENHUM: suco sem aroma reconstituído a 11,2ºBrix.

FORTE: amostra 075, após armazenamento em estufa a 55ºC por 5 dias, diluída em água na proporção 2:1.

VISCOSIDADE: resistência de deslocamento do líquido no recipiente.

BAIXA: água.

ALTA: suco concentrado sem aroma reconstituído a 16,0ºBRIX.

AROMA:

DOCE: aroma associado aos açúcares da laranja.

NENHUM: água.

FORTE: amostra 523.

COZIDO: aroma associado a suco de laranja submetido a tratamento térmico.

FRACO: suco concentrado sem aroma, reconstituído a 1,0ºBRIX

FORTE: suco comercial pasteurizado aquecido em forno microondas por 3 min

ÁCIDO: sensação de pungência associada à presença de ácidos no suco.

FRACO: suco concentrado sem aroma reconstituído a 10,0ºBrix, adicionado de 0,5% de ácido cítrico.

FORTE: suco concentrado sem aroma reconstituído a 10,0ºBrix, adicionado de 8,0% de ácido cítrico.

CASCA DE LARANJA: aroma associado à casca da laranja, característico do suco de laranja fresco.

NENHUM: água.

FORTE: suco concentrado adicionado de óleo essencial na dosagem de 1,4mL/kg de suco concentrado, reconstituído a 11,2ºBrix.

SUCO VELHO: aroma característico de suco processado e/ou armazenado em condições inadequadas.

NENHUM: água.

FORTE: amostra 075 envelhecida em estufa a 55ºC por 25 horas.

GOSTO

DOCE: gosto associado à presença de açúcares.

POUCO: suco reconstituído sem aroma a 11,2ºBrix adicionado de 1,5 % de sacarose.

MUITO: suco reconstituído sem aroma a 11,2ºBrix adicionado de 5,0 % de sacarose

ÁCIDO: gosto associado à presença de ácidos no suco.

POUCO: solução aquosa de ácido ascórbico a 0,1%.

MUITO: solução aquosa de ácido ascórbico a 0,45%.

FIGURA 15. Lista de atributos e respectivas amostras referências que ancoraram os extremos das escalas para avaliação descritiva do suco de laranja pronto para beber. Amostra 075 = amostra H; amostra 523 = B.

(continuação)

RESIDUAL AMARGO: gosto amargo que persiste após a ingestão do suco.

NENHUM: água.

FORTE: suco concentrado sem aroma reconstituído a 11,2°BRIX adicionado de 0,05% de cafeína.

SABOR

SUCO NATURAL: sabor associado ao suco de laranja recém-extraído, sem tratamento térmico.

NENHUM: amostra 075.

MUITO: suco natural de laranja pêra, de média maturação, misturado com suco concentrado sem aroma reconstituído a 11,2°BRIX, na proporção de 1:2.

COZIDO: sabor associado a suco de laranja submetido a tratamento térmico.

NENHUM: suco de laranja natural (variedade Pêra).

MUITO: suco concentrado sem aroma reconstituído a 11,2°BRIX, adicionado de 2,0% de açúcar refinado e aquecido no microondas por 3 minutos.

CASCA DE LARANJA: sabor associado ao óleo essencial presente na casca da laranja.

POUCO: suco concentrado sem aroma, reconstituído a 9,0°Brix e adicionado de 2,0% de açúcar refinado.

MUITO: suco concentrado adicionado de óleo essencial na dosagem de 1,2mL/kg de suco concentrado, reconstituído a 11,2°Brix e adicionado de 2,5% de açúcar refinado.

SUCO VELHO: sabor característico de suco processado e/ou armazenado em condições inadequadas.

NENHUM: água.

MUITO: amostra 075 envelhecida em estufa a 55°C por 25 horas.

PICANTE: sensação de formigamento provocada na língua, semelhante àquela provocada pelo sumo presente na casca da laranja.

NENHUM: água.

MUITO: suco concentrado adicionado de essência oleosa armazenada em estufa a 55°C durante 20 horas, na dosagem de 4mL/kg de suco concentrado, reconstituído a 11,2°Brix e adicionado de 2,0% de açúcar refinado.

TEXTURA:

CORPO: capacidade do líquido de preenchimento da boca.

POUCO: água.

MUITO: suco concentrado sem aroma a 16°Brix, adicionado de 2,0% de açúcar refinado.

FIGURA 15 (continuação). Lista de atributos e respectivas amostras referências que ancoraram os extremos das escalas para avaliação descritiva do suco de laranja pronto para beber. Amostra 075 = amostra H; amostra 523 = B.

AVALIAÇÃO SENSORIAL DESCRITIVA DE SUCO DE LARANJA		
Nome: _____ Data: _____ Sessão: _____		
Amostra: _____		
APARÊNCIA		
ESCURECIMENTO	NENHUM MUITO	
VISCOSIDADE	BAIXA ALTA	
AROMA		
DOCE	NENHUM FORTE	
COZIDO	FRACO FORTE	
ÁCIDO	FRACO FORTE	
CASCA DE LARANJA	NENHUM FORTE	
SUCO VELHO	NENHUM FORTE	
GOSTO		
DOCE	POUCO MUITO	
PUNGENTE	POUCO MUITO	
RESIDUAL AMARGO	NENHUM MUITO	
SABOR		
SUCO NATURAL	NENHUM MUITO	
COZIDO	NENHUM MUITO	
CASCA DE LARANJA	POUCO MUITO	
SUCO VELHO	NENHUM MUITO	
PICANTE	NENHUM MUITO	
TEXTURA		
CORPO	POUCO MUITO	
MUITO OBRIGADO POR SUA COLABORAÇÃO!		

FIGURA 16. Ficha de avaliação descritiva utilizada na avaliação do perfil sensorial das formulações de suco de laranja pronto para beber.

Comparando-se apenas as quatro amostras formuladas no presente estudo (A, B, C e D) é notável verificar-se que, a adição apenas da essência oleosa ao suco concentrado congelado, alterou o perfil sensorial do suco tornando-o, comparativamente às amostras que receberam adição de frações de óleo essencial, uma bebida ligeiramente mais *picante*, com maior aroma e sabor de *casca de laranja*, maiores *residual amargo*, aroma e gosto *ácido*. Embora essas diferenças sensoriais tenham sido pequenas e estatisticamente não significativas ($p \leq 0,05$) na maioria delas, elas foram notadas pelos consumidores que dirigiram suas preferências às amostras A, C e D (Figura 14).

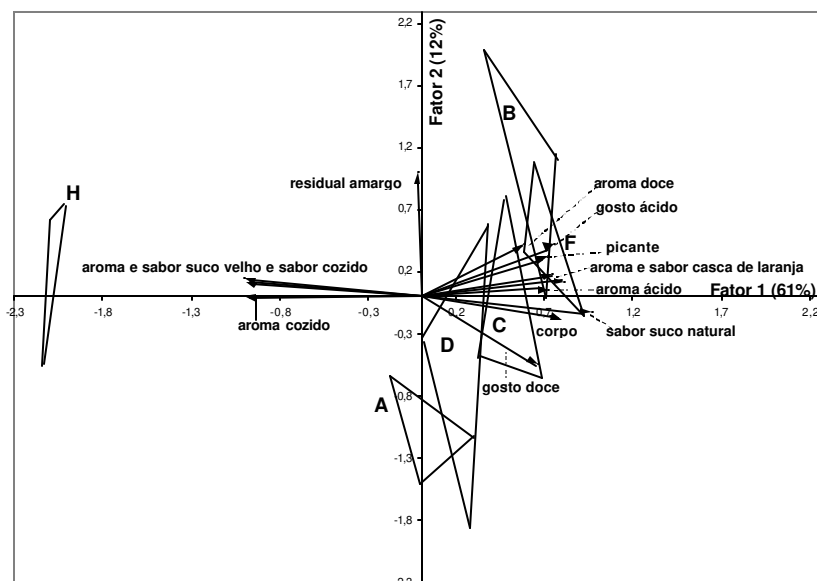


FIGURA 17. Dimensões I e II da Análise de Componentes Principais para amostras de suco de laranja pronto para beber (A; B; C; D - formulações com aromas naturais em condições pré-processamento térmico-; F e H = amostras comerciais).

4.2. Estabilidade sensorial dos aromas naturais ao processamento térmico do suco de laranja pronto para beber (*ready-to-drink*)

4.2.1. Aceitação

A Tabela 6 apresenta as médias de aceitação dos sucos formulados com aromas naturais, antes e após o processamento térmico da bebida.

TABELA 6. Médias de aceitação das formulações de suco de laranja pronto para beber antes e após o processamento térmico (n = 112 e 106 consumidores, respectivamente).

AMOSTRA	AROMA ADICIONADO	ACEITAÇÃO ¹		
		PRÉ-PROCESSAMENTO ² (n = 112 consumidores)	PÓS-PROCESSAMENTO ² (n = 106 consumidores)	DIFERENÇA PRÉ e PÓS – PROCESSAMENTO ³
A	I (óleo <i>essencial</i> de laranja)	6,4 ^{ab}	6,5 ^a	n.s
B	II (frações destiladas de <i>essência oleosa</i> de laranja)	6,0 ^b	5,8 ^b	n.s.
C	III (I + II + frações destiladas de óleo essencial de laranja)	6,6 ^a	6,3 ^{ab}	n.s.
D	IV (III + frações destiladas de <i>essência aquosa</i> de laranja)	6,7 ^a	6,7 ^a	n.s

¹1 = desgostei extremamente, 5= nem gostei/nem desgostei, 9= gostei extremamente. ²Em uma mesma coluna, médias com letras em comum indicam amostras que não diferem significativamente entre si, a $p \leq 0,05$. ³Níveis de significância para a diferença entre as médias de aceitação de uma mesma amostra antes e após o processamento térmico: n.s. = não existe diferença significativa, a $p \leq 0,05$, através de teste t-Student, para amostras independentes e número de provadores desigual.

A Tabela 6 mostra claramente que não só o tratamento térmico não provocou diferença significativa ($p < 0,05$) na aceitação das amostras em nenhuma das formulações elaboradas, como também que, após o tratamento

térmico, a amostra B, formulada com **essência oleosa**, continuou obtendo aceitação significativamente menor ($p = 0,05$) junto aos consumidores comparativamente às demais amostras. De um modo geral, esses resultados indicam que os aromas naturais estudados apresentam boa estabilidade ao processamento térmico associado à produção de sucos prontos para beber (*ready-to-drink*).

4.2.2. Perfil Sensorial

A Tabela 7 apresenta as médias de intensidade dos atributos sensoriais das formulações A, B, C e D antes e após o processamento térmico da bebida. Como pode ser observado, houve diferença significativa ($p \leq 0,05$) entre as formulações pré e pós-processadas em apenas um atributo em cada uma das amostras A, B e C. Após o processamento, a formulação A apresentou maior viscosidade ($p \leq 0,05$), a formulação B mostrou-se ligeiramente menos escura ($p \leq 0,05$), a formulação C foi percebida como ligeiramente mais picante ($p \leq 0,05$) e a formulação D não sofreu alteração sensorial significativa ($p \leq 0,05$). Esses resultados estão em acordo com aqueles obtidos nos testes com consumidores, indicando que os aromas naturais estudados apresentam boa estabilidade ao processamento térmico associado à produção de sucos prontos para beber (*ready-to-drink*). No entanto, quando os dados obtidos neste experimento foram analisados através de Análise de Componentes Principais (ACP) – Figura 18 –, pôde-se verificar diferenças percebidas pela equipe sensorial descritiva, mesmo que não significativas a $p \leq 0,05$, nas características sensoriais das formulações antes e após o processamento. Ainda que as duas primeiras dimensões da ACP gerada (Figura 18) tenham explicado apenas 36,3% da variação ocorrida nos perfis sensoriais dos sucos avaliados, foi possível verificar essas diferenças

sensoriais porque essa técnica estatística maximiza as diferenças entre as amostras (PIGGOT e SHARMAN, 1986), motivo pelo qual os mesmos dados foram mostrados na forma de médias aritméticas nas Figuras 19 a 22.

TABELA 7. Médias de intensidade e desvios padrões (DP) dos atributos sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber, antes e após o processamento térmico.

Atributo	Amostra A		Amostra B		Amostra C		Amostra D	
	Pré	Pós	Pré	Pós	Pré	Pós	Pré	Pós
Aparência								
Escurecimento	2,4±2,4	1,4±2,1	2,4±2,6	0,5*±1,2	2,3±2,3	1,2±1,5	2,3±2,3	1,5±2,0
Viscosidade	5,5±1,6	7,5*±1,3	5,9±1,5	5,9±2,3	5,9±1,8	6,5±1,9	6,2±1,8	6,5±1,6
Aroma								
Doce	4,2±2,5	5,1±2,9	5,6±2,9	3,9±2,4	4,7±2,5	4,6±3,3	4,9±2,5	6,0±2,4
Cozido	3,2±2,7	1,2±2,4	2,2±0,0	3,6±2,4	1,7±2,3	4,1±1,4	2,9±2,7	2,9±3,0
Ácido(Pungência)	3,2±2,5	2,5±2,1	3,5±0,0	4,0±2,2	3,4±2,5	3,8±2,4	2,9±2,0	3,4±2,9
Casca de Laranja	3,4±2,8	3,0±2,5	4,8±0,7	4,6±2,7	4,8±2,5	5,2±2,2	3,5±2,0	4,7±2,6
Suco Velho	1,0±1,5	0,6±1,4	0,6±0,0	0,9±1,6	0,5±1,4	0,1±0,3	0,8±1,7	1,2±2,6
Gosto								
Doce	5,0±2,6	4,7±2,7	4,2±0,0	4,6±2,7	4,8±2,6	5,3±2,5	5,0±2,8	4,6±2,9
Ácido	4,3±1,9	5,2±2,1	5,1±1,0	5,7±1,2	4,6±2,4	5,5±2,5	4,7±2,0	5,3±1,9
Residual Amargo	3,4±2,6	4,0±2,9	4,3±0,0	2,8±2,2	3,9±3,0	2,8±3,2	3,5±2,6	3,8±2,9
Sabor								
Suco Natural	3,5±2,8	3,1±2,9	3,5±0,0	2,9±2,6	3,9±2,7	4,2±2,6	3,1±2,6	3,7±2,4
Cozido	2,4±2,5	2,5±2,3	1,9±0,0	2,2±1,9	1,9±2,4	1,6±1,8	2,3±2,5	2,2±2,6
Casca de Laranja	4,5±2,3	5,7±2,2	6,5±2,5	5,8±2,8	6,0±1,9	6,8±1,6	5,2±1,8	5,1±2,8
Suco Velho	0,7±1,3	0,8±1,3	0,6±0,0	0,7±0,9	0,4±0,7	0,2±0,5	0,7±1,4	0,7±1,2
Picante	4,9±2,5	4,4±2,3	4,7±0,0	4,4±1,1	4,9±2,2	5,1*±3,5	5,3±2,5	4,7±2,3
Textura								
Corpo	4,5±1,7	4,8±2,1	5,4±0,5	5,2±1,7	4,8±2,0	6,5*±2,2	5,0±2,0	5,6±2,4

*Médias de intensidade do atributo das amostras pré e pós-processamento diferiram significativamente ($p \leq 0,05$).

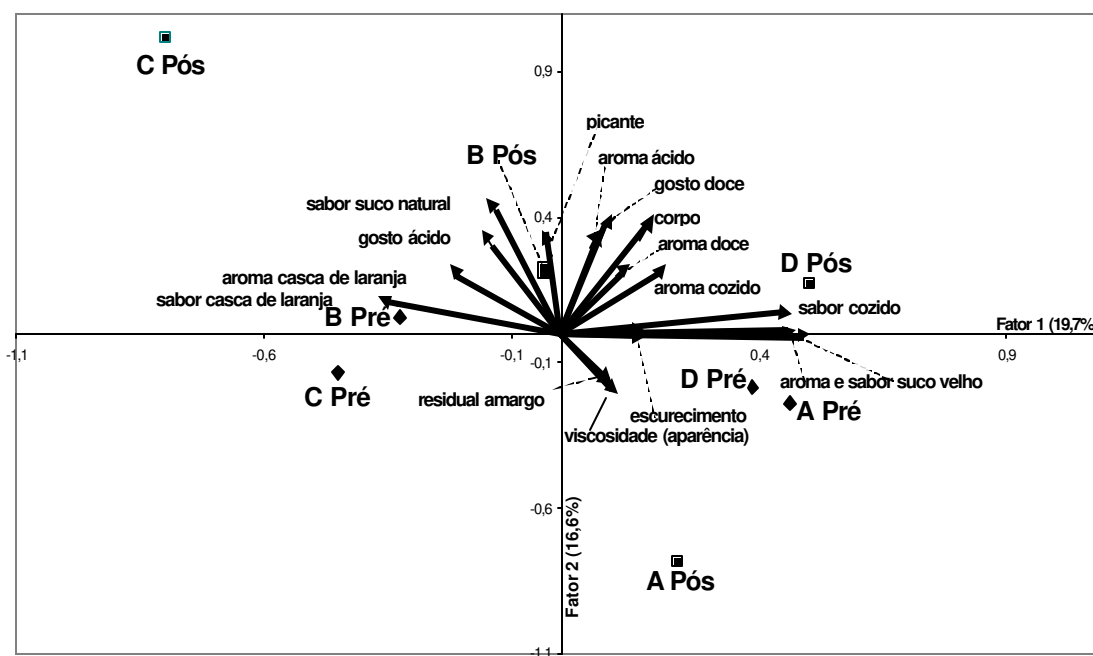


FIGURA 18. Dimensões I e II da Análise de Componentes Principais referente aos perfis sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber (A, B, C, D), antes e após o processamento térmico.

Assim, a Figura 18 mostra o gráfico resultante de uma Análise de Componentes Principais (ACP), que representa os perfis sensoriais das amostras A, B, C e D antes e após o processamento. Nessa Figura, as amostras pré-processamento térmico estão representadas através de pontos em formato de losângulos codificados com letras de A a D, seguidas do sufixo *Pré*. As amostras pós-processamento estão representadas através de pontos em forma de quadrados codificados com letras de A a D, seguidas do sufixo *Pós*. Neste estudo, a ACP resultou em baixa explicação da variação que ocorre entre as amostras: cerca de 36% através das duas primeiras dimensões (Figura 18). Dos atributos avaliados, aroma e sabor de *suco velho*, sabores *cozido* e de *casca de laranja* foram aqueles que mais discriminaram as 8 amostras entre si.

Na Figura 18, dentre as formulações estudadas, a formulação D – adicionada do aroma IV – destaca-se como a mais estável ao tratamento térmico, uma vez que seu perfil sensorial apresentou alterações mínimas em função do processamento. Esse fato pode ser confirmado através dos perfis sensoriais

apresentados na Figura 19, bem como através das médias de intensidade dos atributos sensoriais apresentados na Tabela 7.

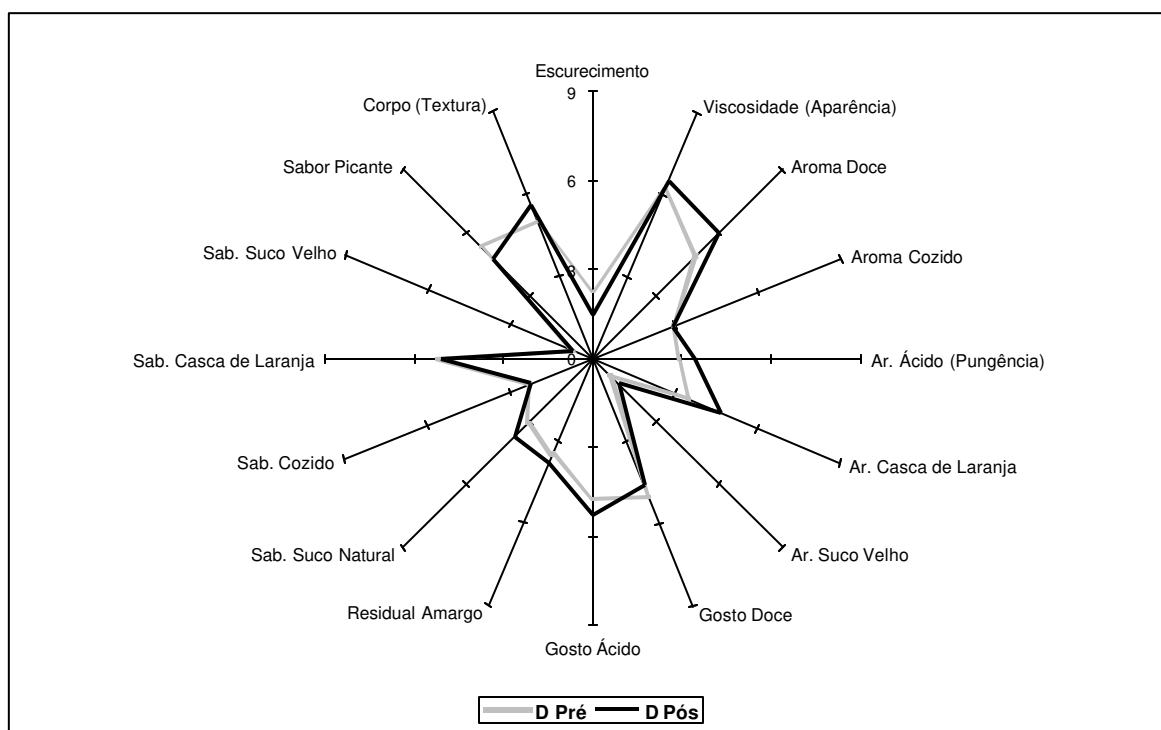


FIGURA 19. Perfil sensorial da formulação D de suco de laranja pronto para beber, antes e após processamento.

Analisando-se conjuntamente a Tabela 7 e as Figuras 18 e 19, observa-se que as principais alterações provocadas pelo processamento térmico na formulação D foram o aumento nas intensidades dos aromas *doce* e de *casca de laranja*, as quais ocorreram, porém, de forma menos acentuada do que as principais alterações ocorridas nas demais formulações, A, B e C. Adicionalmente, variações muito pequenas e estatisticamente não significativas ($p \leq 0,05$) nas características sensoriais dessa formulação, em função do processamento térmico, foram percebidas pela equipe sensorial descritiva, tais como: aumento nas intensidades dos aromas *ácido*, gosto ácido, *residual amargo*, sabor de *suco natural*, sabor *picante* e *corpo* (textura), bem como redução do *escurecimento* (Figura 19 e Tabela 7). Desta forma, comparativamente às demais formulações, após o processamento, a formulação D caracterizou-se notadamente por apresentar maiores intensidades de aroma *doce*, aroma e sabor cozido e menores

intensidades de sabor de casca de laranja. Essas informações podem ser confirmadas na Figura 23, que apresenta graficamente o perfil sensorial das quatro formulações após o processamento. Embora a formulação D apresente maiores intensidades de aroma e sabor de suco velho relativamente às demais formulações, é importante observar-se que esses atributos estão em intensidades absolutas extremamente baixas – inferiores a 1,3 em escala de 0 a 9 pontos. Enfim, a maior estabilidade ao tratamento térmico verificada na formulação D explica o fato dessa amostra ter-se mantido após o processamento como a formulação significativamente ($p \leq 0,05$) mais aceita entre os 106 consumidores que participaram do teste sensorial (Tabela 6).

Por outro lado, nas Figuras 19, 20, 21 e 22 observa-se que o processamento térmico provocou variações sensíveis nos perfis sensoriais das formulações A, B e C, variações cujas grandezas podem ser verificadas pela mudança de posição das formulações pré e pós processamento nesses gráficos. Desta forma, pode-se dizer que estas formulações apresentaram-se menos estáveis ao tratamento térmico do que a formulação D, o que de fato pode ser confirmado na Tabela 7. Dentre essas três formulações, as formulações A e C mostraram-se como as menos estáveis. Na formulação A foi observada a ocorrência de várias alterações sensoriais, (Tabela 7 e Figuras 18 e 20), quais sejam: aumento das intensidades do aroma *doce*, gosto *ácido*, *residual amargo*, sabor de *casca de laranja* e *viscosidade* (aparência). Houve também redução das intensidades dos aromas *ácido* e *cozido* e do *escurecimento* (aparência). Conforme mostram as Figuras 18 e 23, com o processamento, a formulação A adquiriu características de sabor similares às aquelas observadas na formulação D, com exceção da intensidade ligeiramente menor de sabor de *suco* natural. Após o processamento, a formulação A caracterizou-se como aquela que apresentou menores intensidades de aromas *cozido*, *ácido* e de *casca de laranja* e maior viscosidade (Tabela 7 e Figuras 18, 20 e 23).

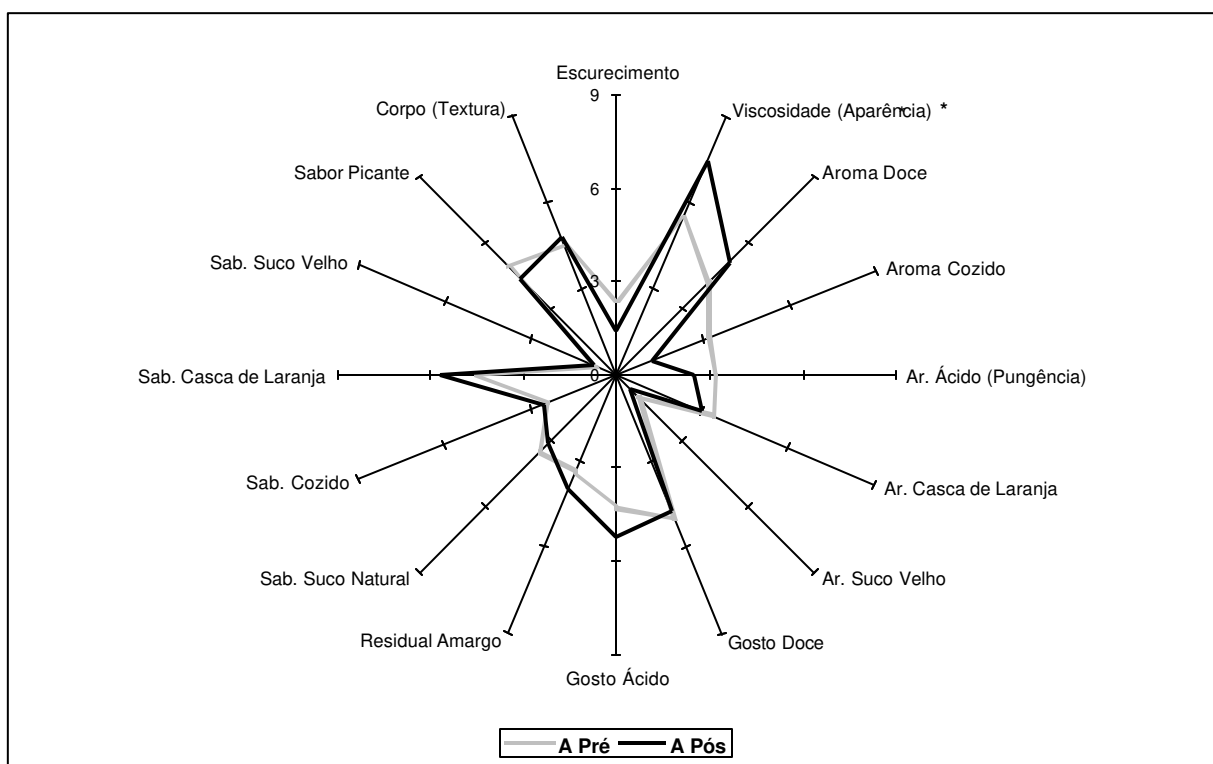


FIGURA 20. Perfil sensorial da formulação A de suco de laranja pronto para beber, antes e após processamento. *Médias de intensidade do atributo das amostras pré e pós-processamento diferiram significativamente ($p \leq 0,05$).

Conforme pode ser observado nas Figuras 18 e 21, o processamento térmico provocou também alterações no suco B – formulado com essência oleosa. Essas variações foram: aumento da intensidade de aroma *cozido* e redução das intensidades de aroma *doce*, *residual amargo*, sabores de *suco natural* e de *casca de laranja* e de *escurecimento* (aparência). Desta forma, após o processamento, a formulação B caracterizou-se por apresentar menores intensidades de sabores de *suco natural* e *picante* e, na aparência, menores *escurecimento* e *viscosidade*, bem como maiores intensidades de aroma *cozido* e aroma e gosto *ácido*. Possivelmente, o aumento do aroma *cozido* e a diminuição do aroma *doce* e do sabor de *suco natural* contribuíram para a ocorrência de ligeira queda na média de aceitação obtida por essa formulação junto aos consumidores em função do processamento térmico, mantendo-a como a única amostra significativamente ($p \leq 0,05$) menos aceita do que a formulação D, a qual foi a formulação mais aceita entre os consumidores (Tabela 6).

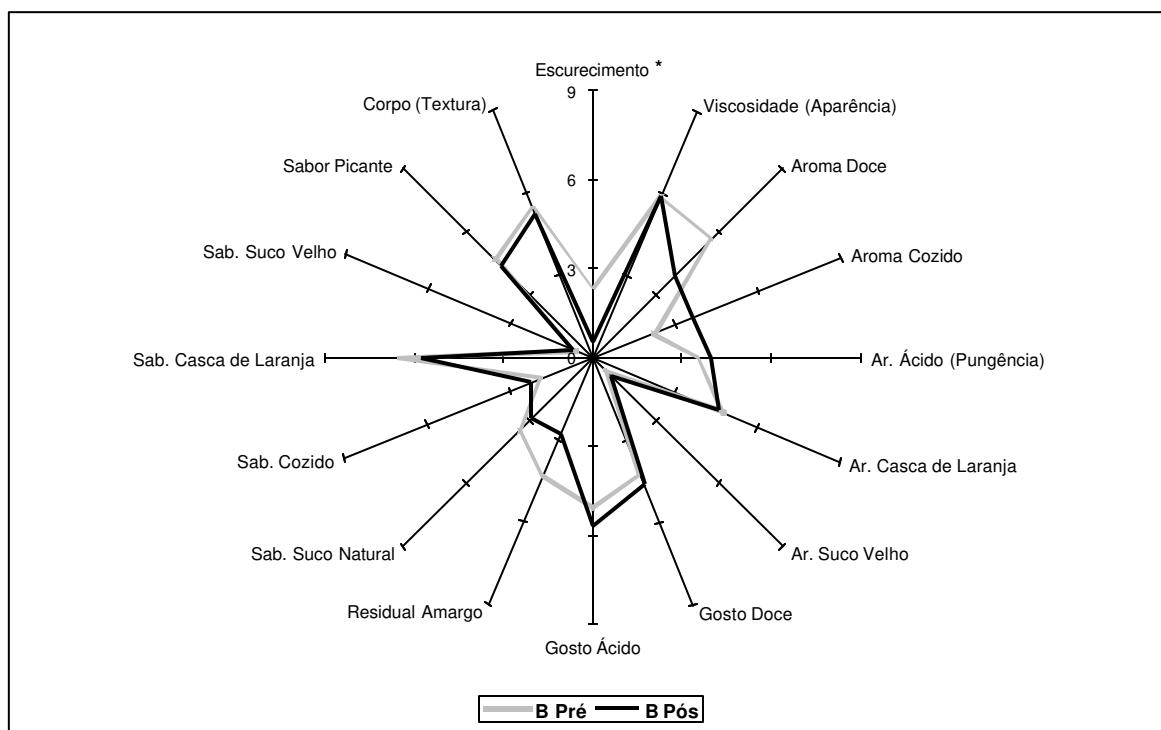


FIGURA 21. Perfil sensorial da formulação B de suco de laranja pronto para beber, antes e após processamento. *Médias de intensidade do atributo das amostras pré e pós-processamento diferiram significativamente ($p \leq 0,05$).

Finalmente, a formulação C – contendo o aroma III - registrou também variações em seu perfil sensorial em função do processamento térmico, mesmo que em poucos atributos (Tabela 7 e Figuras 18 e 22). Essas variações foram as seguintes: aumento das intensidades de aroma *cozido*, aroma e sabor de *casca de laranja*, gostos *doce* e *ácido* e do *corpo* (textura) e redução das intensidades de *residual amargo* e *escurecimento*. Essas alterações sensoriais podem ter concorrido para provocar ligeira queda na média de aceitação dessa amostra junto aos consumidores. Assim, a formulação C, que antes do processamento térmico era significativamente melhor aceita que a formulação B, após o processamento térmico não mais diferiu significativamente da formulação B ($p \leq 0,05$) com relação à aceitação entre os consumidores (Tabela 6). De fato, observando-se a Tabela 7 e as Figuras 18 e 22, nota-se a existência de algumas similaridades entre as características sensoriais das formulações B e C após o processamento, notadamente quanto ao atributo *residual amargo*. Com exceção dessa similaridade em relação à formulação B, a Tabela 7 e as Figuras 18 e 22 revelam que a formulação C possui perfil sensorial bastante distinto das demais

formulações após processamento, apresentando poucos atributos com intensidades intermediárias. Assim, essa formulação é caracterizada por maiores intensidades dos aromas *cozido*, *ácido*, de *casca de laranja*, gostos *doce* e *ácido*, sabores de *suco natural*, de *casca de laranja* e *picante* e *corpo* (textura), bem como por menores intensidades de aroma e sabor de *suco velho*, *residual amargo* e *sabor cozido*.

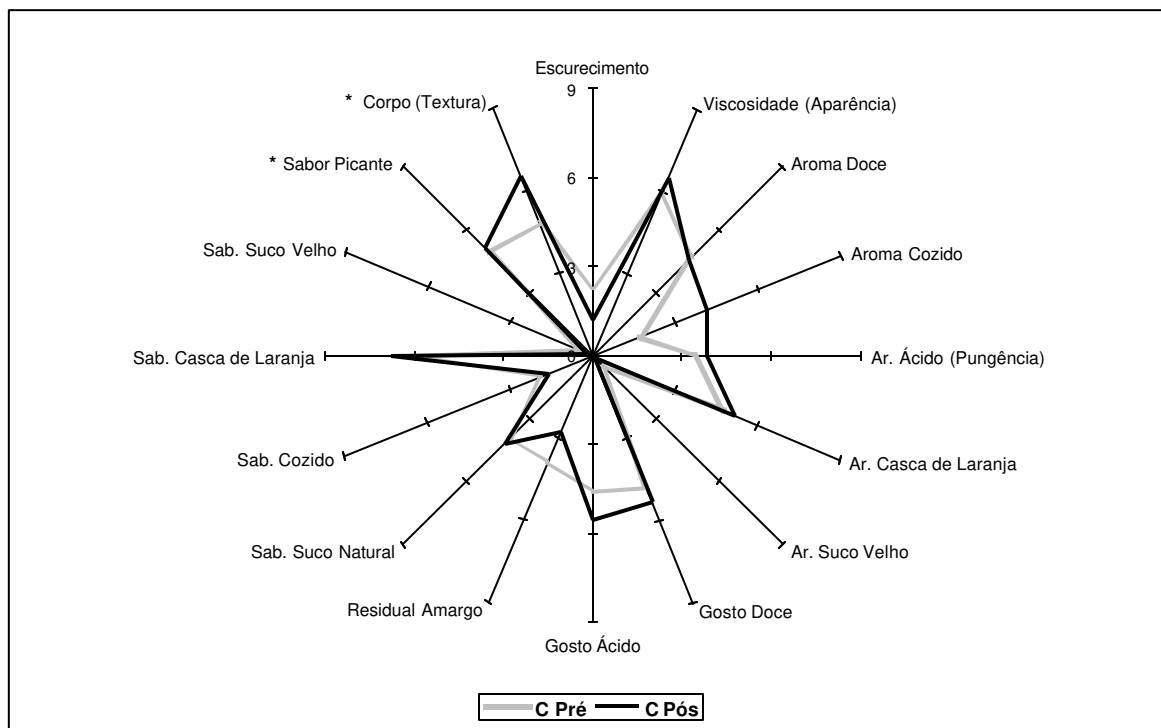


FIGURA 22. Perfil sensorial da formulação C de suco de laranja pronto para beber, antes e após processamento. *Médias de intensidade do atributo das amostras pré e pós-processamento diferiram significativamente ($p \leq 0,05$).

O fato da formulação D apresentar-se mais estável que as demais, notadamente do que a formulação A, sugere que o enriquecimento do óleo essencial com frações destiladas dos três subprodutos do processamento da laranja, quais sejam, óleo essencial e essências oleosa e aquosa, notadamente esta última, resultam em maior estabilidade térmica do que aromas derivados apenas do óleo essencial.

Em complementação, este estudo revelou também que a presença de compostos voláteis provenientes de frações destiladas da essência aquosa no aroma natural de laranja, mesmo que em proporções minoritárias, realça no suco

notas de sabor de suco natural e suaviza as notas de aroma e sabor de casca de laranja.

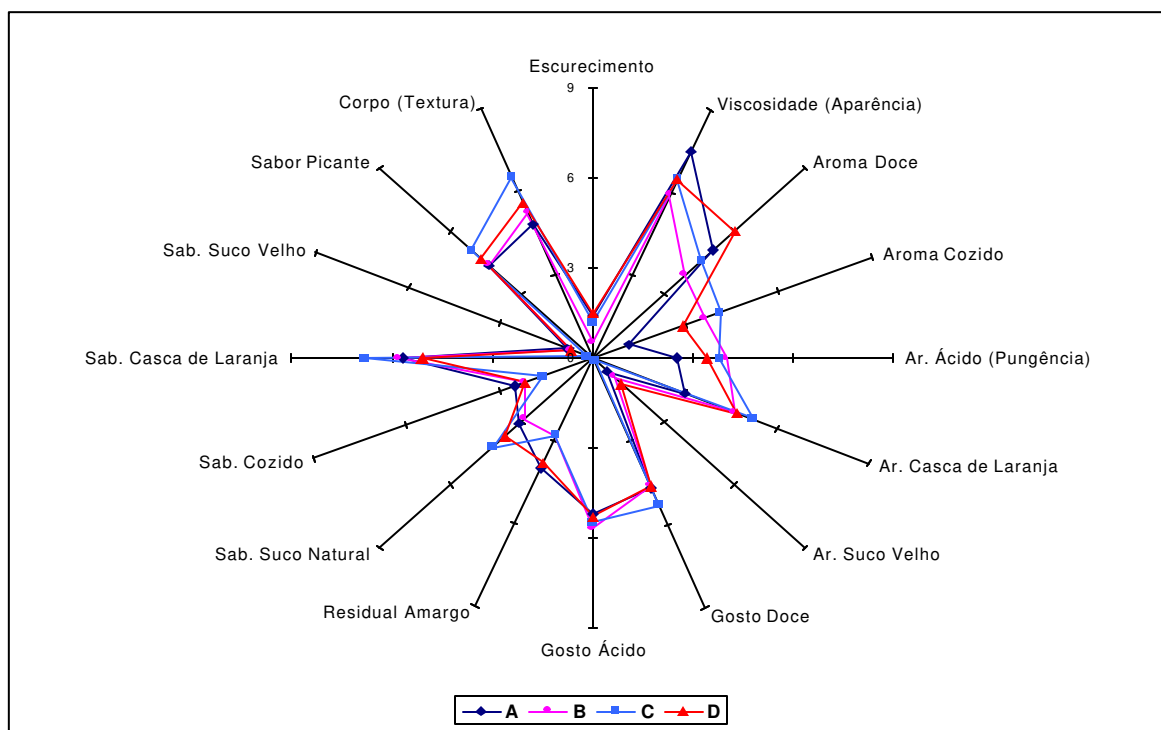


FIGURA 23. Perfis sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber (A, B, C e D) após processamento.

4.3. Impacto dos aromas naturais sobre a estabilidade sensorial do suco pronto para beber (*ready-to-drink*) durante o armazenamento da bebida

4.3.1. Aceitação

A Tabela 8 apresenta as médias de aceitação das quatro formulações de suco de laranja pronto para beber elaboradas com aromas naturais e envasadas assepticamente (A, B, C e D), bem como do suco comercial (H) também avaliado, de forma a se ter elementos comparativos das formulações estudadas com aqueles comercializados no mercado brasileiro. Conforme pode ser observado, o tipo de aroma influenciou significativamente ($p \leq 0,05$) a perda de qualidade sensorial do suco durante o armazenamento, pois enquanto o suco B, formulado apenas com frações destiladas de **essência oleosa** de laranja, sofreu queda de aceitação significativa ($p \leq 0,05$) entre os consumidores já aos 20 dias de armazenamento, os sucos A e C, contendo óleo essencial e/ou suas frações, tiveram aceitação reduzida significativamente ($p \leq 0,05$) somente após 40 dias de armazenamento, e o suco D, somente após 60 dias. Em sua pesquisa envolvendo várias formulações de aromas cítricos, Bettini (1995) reportou menor estabilidade sensorial e química de aromas formulados apenas com essência oleosa e a atribuiu à ausência de antioxidantes naturais, como os tocoferóis, nas frações provenientes desse subproduto. Assim, os resultados obtidos na presente pesquisa sugerem que, de fato, o **óleo essencial**, por possuir agentes antioxidantes, como tocoferol, confere maior estabilidade também ao suco em que for incorporado, comparativamente à essência oleosa.

A Tabela 8 evidencia também que aos 60 dias de armazenamento, as médias de aceitação de todos os sucos sofreram queda significativa ($p \leq 0,05$) refletindo o impacto da alteração do perfil sensorial (Figuras 30 a 44 e Tabelas 9 a 14) sobre a aceitação do produto por seus consumidores.

TABELA 8. Médias de aceitação global e aceitação quanto ao aroma e sabor e médias da intenção de compra das formulações de suco de laranja pronto para beber (n = 40 consumidores).

Amostra	Aceitação Global ^{1♦}				
	0 dia	20 dias	40 dias	60 dias	90 dias
A	6,5 ^a	5,9 ^a	5,9 ^{ab*}	5,0 ^{a*}	**
B	6,0 ^a	4,8 ^{b*}	**	---	---
C	6,4 ^a	5,9 ^a	6,1 ^{ab*}	5,9 ^a	4,3 ^{a*}
D	6,7 ^a	6,1 ^a	6,6 ^a	5,5 ^{ab*}	4,6 ^{a*}
H [#]	6,4 ^a	5,4 ^{ab}	5,4 ^b	4,8 ^b	---
Aceitação do Aroma ^{1♦}					
A	6,4 ^{ab}	6,5 ^a	6,4 ^a	5,8 ^{ab}	**
B	6,0 ^b	5,6 ^a	**	---	---
C	6,6 ^{ab}	6,5 ^a	6,6 ^a	6,3 ^a	5,2 ^{a*}
D	6,8 ^a	6,4 ^a	6,4 ^a	6,1 ^a	5,1 ^{a*}
H [#]	6,2 ^{ab}	5,9 ^a	5,5 ^b	5,1 ^b	---
Aceitação do Sabor ^{1♦}					
A	6,2 ^{ab}	5,8 ^a	5,5 ^{a*}	4,5 ^{a*}	**
B	5,6 ^b	4,3 ^{b*}	**	---	---
C	6,3 ^{ab}	5,6 ^a	5,9 ^{a*}	5,6 ^a	3,8 ^{a*}
D	6,6 ^a	5,9 ^a	6,4 ^a	5,3 ^{a*}	4,2 ^{a*}
H [#]	6,1 ^{ab}	5,2 ^a	5,3 ^a	4,5 ^a	---
Intenção de Compra ^{2♦}					
A	3,3 ^{ab}	2,9 ^a	3,0 ^{a*}	2,3 ^b	**
B	2,8 ^b	2,3 ^a	**	---	---
C	3,2 ^{ab}	2,8 ^a	3,3 ^a	3,1 ^a	2,2 ^{a*}
D	3,7 ^a	3,1 ^a	3,6 ^a	2,6 ^{ab*}	2,3 ^{a*}
H [#]	3,4 ^{ab}	3,0 ^a	2,9 ^a	2,3 ^b	---

¹1 = desgostei extremamente, 5 = nem gostei/nem desgostei, 9 = gostei extremamente; ²1 = certamente não compraria, 3 = talvez comprasse/talvez não comprasse, 5 = certamente compraria; ♦Médias com letras em comum numa mesma coluna, indicam amostras que não diferem significativamente entre si ($p \leq 5\%$); *média de aceitação dessa formulação difere significativamente ($p \leq 0,05$) de sua amostra controle (mesmo suco no tempo inicial de armazenamento); # amostra não testada contra amostra controle; ** amostra eliminada dos testes por ter atingido média de aceitação igual ou inferior a 5, no período anterior, em pelo menos um atributo hedônico avaliado.

Em complementação, observa-se na Tabela 8 que, após 40 dias de armazenamento, a amostra comercial (H) apresentou-se como aquela significativamente menos aceita ($p \leq 0,05$) com relação ao aroma e à aceitação global. Desta forma, pode-se inferir que as formulações elaboradas neste estudo com aromas contendo frações de óleo essencial possuem qualidade sensorial significativamente superior à da amostra comercial avaliada, o que pode ser nitidamente visualizado nas Figuras 24 a 26, que representam os gráficos associados às equações de regressão linear significativas ($p \leq 0,10$) da aceitação das amostras em função do tempo de armazenamento. Nessas figuras, a reta que

representa a amostra comercial H está situada sempre abaixo das retas que representam as formulações A, C e D, embora todas apresentem tendências similares de queda da aceitação dos sucos em função do aumento do tempo de armazenamento.

Não foi possível realizar análise de regressão com os dados de aceitação obtidos para a formulação B, pelo fato de que apenas dois dados foram coletados: médias de aceitação ao início e aos 20 dias de armazenamento.

As Figuras de 24 a 26 revelam que, dentre as três formulações elaboradas com aromas contendo óleo essencial e/ou suas frações (A, C e D), a formulação C apresenta tendência de queda de aceitação ligeiramente menos acentuada do que as outras duas amostras nos três atributos hedônicos avaliados. Em contrapartida, a reta associada à regressão linear da aceitação global e do sabor da formulação D está situada ligeiramente acima das retas associadas às demais amostras, sugerindo que a adição ao suco de laranja de frações da essência aquosa, mesmo que em proporções minoritárias, melhora ligeiramente o sabor da bebida. De modo geral, esses resultados sugerem que o enriquecimento do óleo essencial com frações destiladas do próprio óleo essencial ou da essência aquosa (formulações C e D) resulta em melhor qualidade e estabilidade sensoriais à bebida do que a adição ao suco na sua forma integral e certamente, do que apenas de frações da essência oleosa.

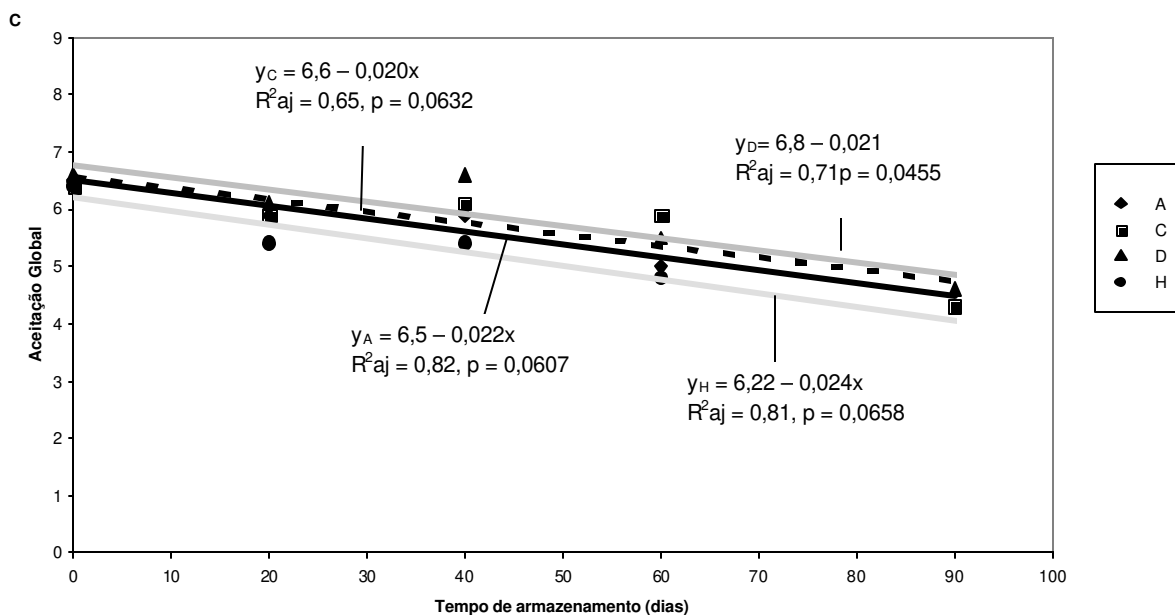


FIGURA 24. Regressões lineares da aceitação global das formulações de suco de laranja pronto para beber em função do tempo de armazenamento.

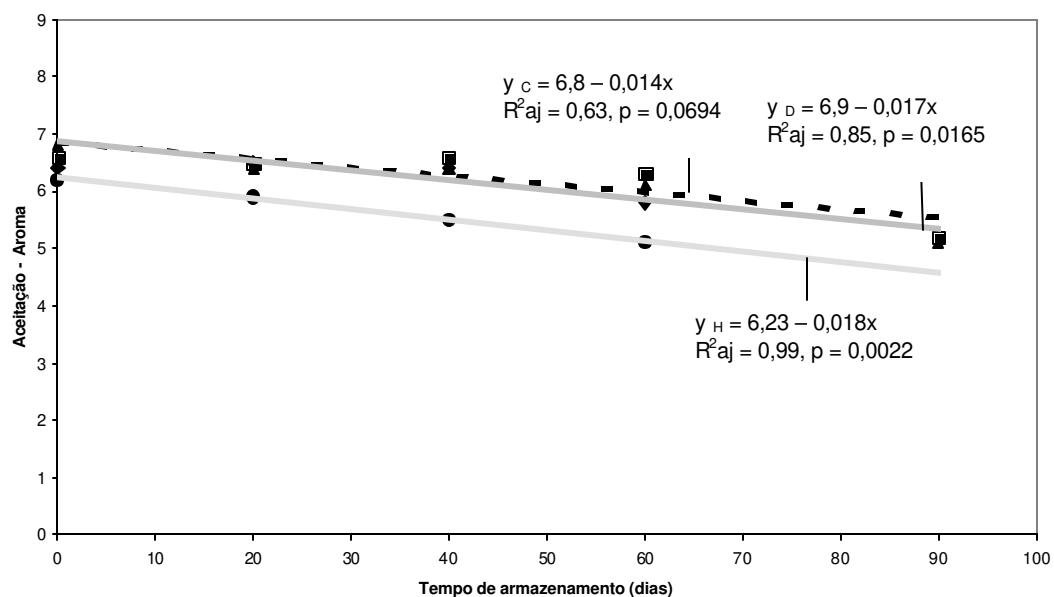


FIGURA 25. Regressões lineares da aceitação do aroma das formulações de suco de laranja pronto para beber em função do tempo de armazenamento.

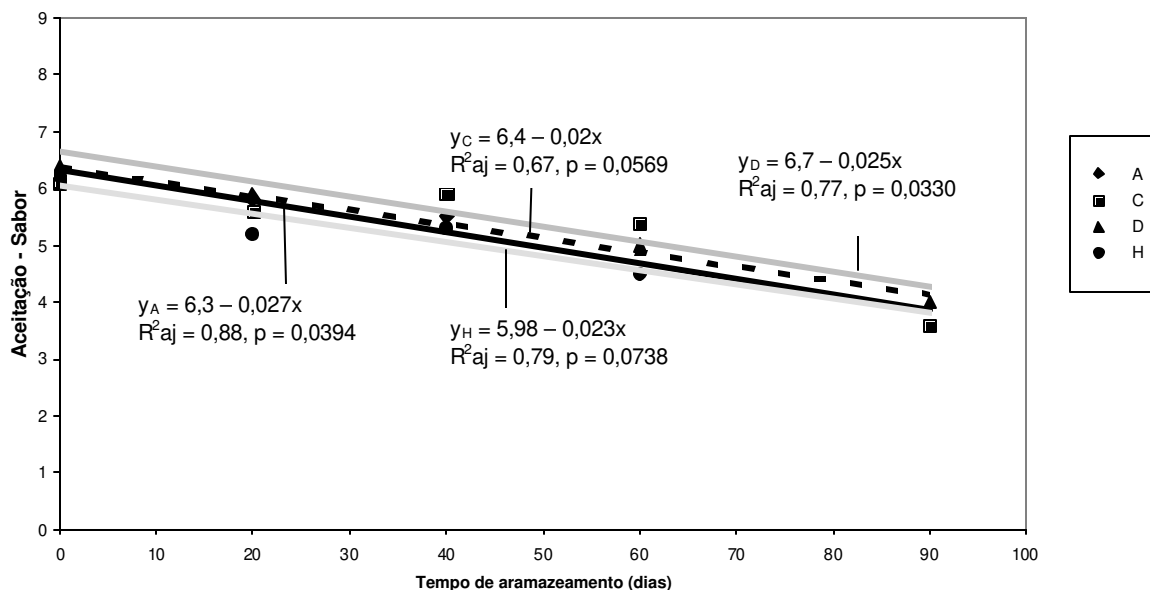


FIGURA 26. Regressões lineares da aceitação do sabor das formulações de suco de laranja pronto para beber em função do tempo de armazenamento.

Quando análise de correlação de Pearson foi realizada entre os atributos hedônicos avaliados, verificou-se correlação ligeiramente maior da aceitação global com a aceitação do sabor ($r = 0,99$, $p < 0,0001$) do que com a aceitação do aroma ($r = 0,92$, $p < 0,0001$). Esse resultado sugere que, neste estudo, a avaliação hedônica que o consumidor realiza em relação ao sabor do suco exerce maior influência sobre a avaliação hedônica global do que aquela exercida pela avaliação hedônica do aroma. Esse fato pode ser confirmado observando-se os valores hedônicos médios atribuídos aos sucos pelos consumidores (Tabela 8).

A Tabela 8 revela também que desde o início do armazenamento a formulação B, elaborada apenas com frações destiladas de *essência oleosa* de laranja, apresentou significativamente ($p \leq 0,05$) a menor média de intenção de compra pelos consumidores, a qual encontra-se próxima à região de rejeição, entre as categorias “possivelmente não compraria” e “talvez comprasse / talvez não comprasse”. De fato, ao analisar o gráfico da distribuição de freqüência da intenção de compra dos sucos pelos consumidores no tempo inicial de armazenamento (Figura 27), verifica-se que a amostra B é aquela que apresenta

maior porcentagem de respostas na região de rejeição – categorias “certamente não compraria” e “possivelmente não compraria”.

Por outro lado, a formulação D, que inclui frações de essência aquosa em sua formulação - destaca-se, dentre as amostras avaliadas, como aquela que apresentou maior intenção de compra pelos consumidores (Tabela 8 e Figura 27), enquanto a formulação C, como o suco que apresentou maior estabilidade ($p \leq 0,05$) do atributo intenção de compra em função do tempo de armazenamento – 90 dias (Tabela 8).

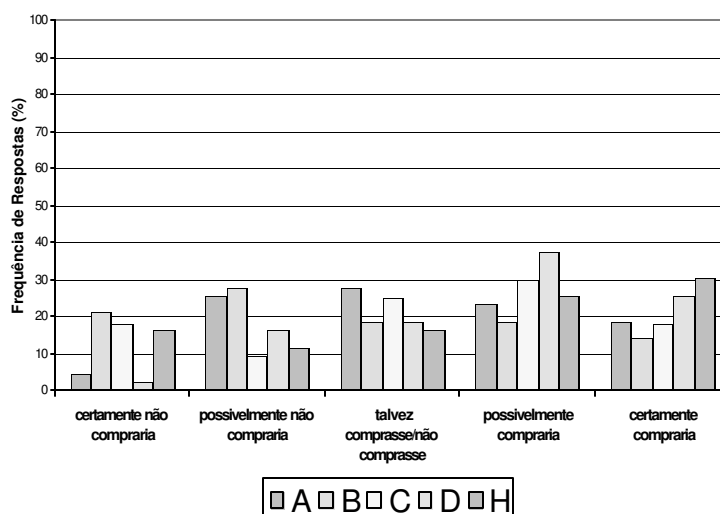


FIGURA 27. Distribuição de frequência da intenção de compra pelos consumidores das formulações de suco de laranja pronto para beber no tempo inicial de armazenamento.

4.3.2. Perfil Sensorial

As Figuras 28 e 29 mostram os gráficos, resultantes de uma Análise de Componentes Principais (ACP), que representam os perfis sensoriais das amostras A, B, C, D e H no tempo inicial de armazenamento à temperatura ambiente. Nessas figuras, as amostras estão representadas através de pontos codificados com letras de A a D, incluindo-se a letra H, que representa o suco comercial. Neste estudo, esta ACP resultou em baixa explicação da variação que ocorre entre as amostras: cerca de 54% através das três primeiras dimensões

(Figuras 28 e 29). Isto ocorreu, possivelmente porque esta ACP foi efetuada utilizando-se as avaliações individuais dos provadores e não a média da equipe sensorial. Dos atributos avaliados, aromas e sabores de *suco velho* e *cozido* e sabores de *casca de laranja* e *picante*, gosto *ácido* e *residual amargo* foram aqueles que mais discriminaram as 5 amostras entre si.

As Figuras 28 e 29 mostram que a amostra H - suco comercial - é aquela cujo perfil sensorial mais se distingue das demais amostras, sendo caracterizada por maiores intensidades dos atributos *aroma e sabor de suco velho*, e *aroma e sabor cozido*, o que pode ser confirmado através da Tabela 9 e da Figura 30. Como esta amostra representa um suco de boa aceitação junto ao mercado consumidor brasileiro, os resultados obtidos neste trabalho sugerem que é possível ainda que sejam lançados neste mercado sucos de laranja de maior competitividade.

As diferenças e similaridades entre os perfis sensoriais das formulações elaboradas neste estudo (A, B, C e D) ao início do armazenamento correspondem às aquelas associadas a essas amostras após o processamento, as quais foram anteriormente exploradas e discutidas no item 4.2.2.

O efeito do tempo de armazenamento sobre o perfil sensorial de todas as cinco formulações de suco de laranja (A, B, C, D e H) foi de fato avaliado através de Análise de Componentes Principais (ACP), realizando-se uma ACP para cada amostra durante todo o período de armazenamento (Figuras 31 a 40). Nessas figuras, as amostras estão representadas por pontos codificados com números associados ao tempo de armazenamento da amostra (0, 20, 40, 60 ou 90 dias). De forma geral, as três primeiras dimensões dessas ACPs explicaram entre 52 e 60% da variação ocorrida no perfil sensorial de cada bebida durante o armazenamento, o que, considerando-se o fato de que as mesmas foram realizadas utilizando-se os dados individuais de cada provador treinado e não as médias da equipe, as porcentagens de explicação obtidas são relativamente altas.

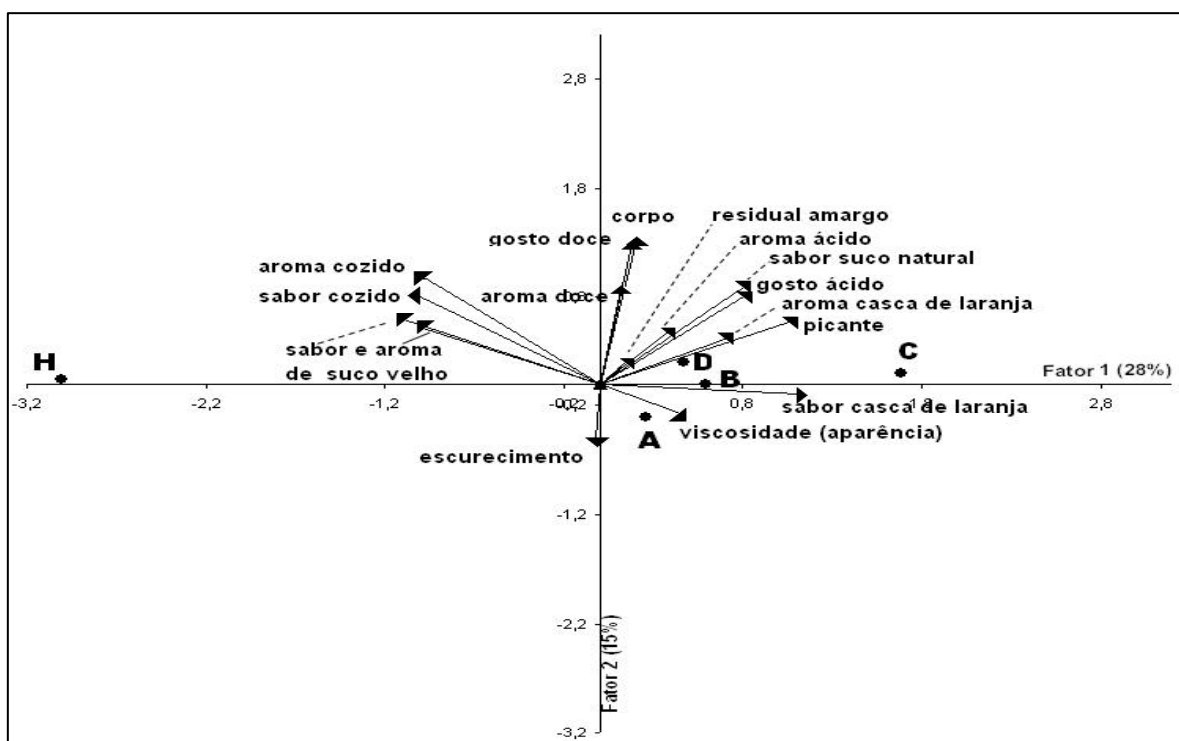


FIGURA 28. Dimensões I e II da Análise de Componentes Principais para amostras de suco de laranja pronto para beber (A; B; C; D - formulações com aromas naturais; e H = amostra comercial) no tempo inicial de armazenamento.

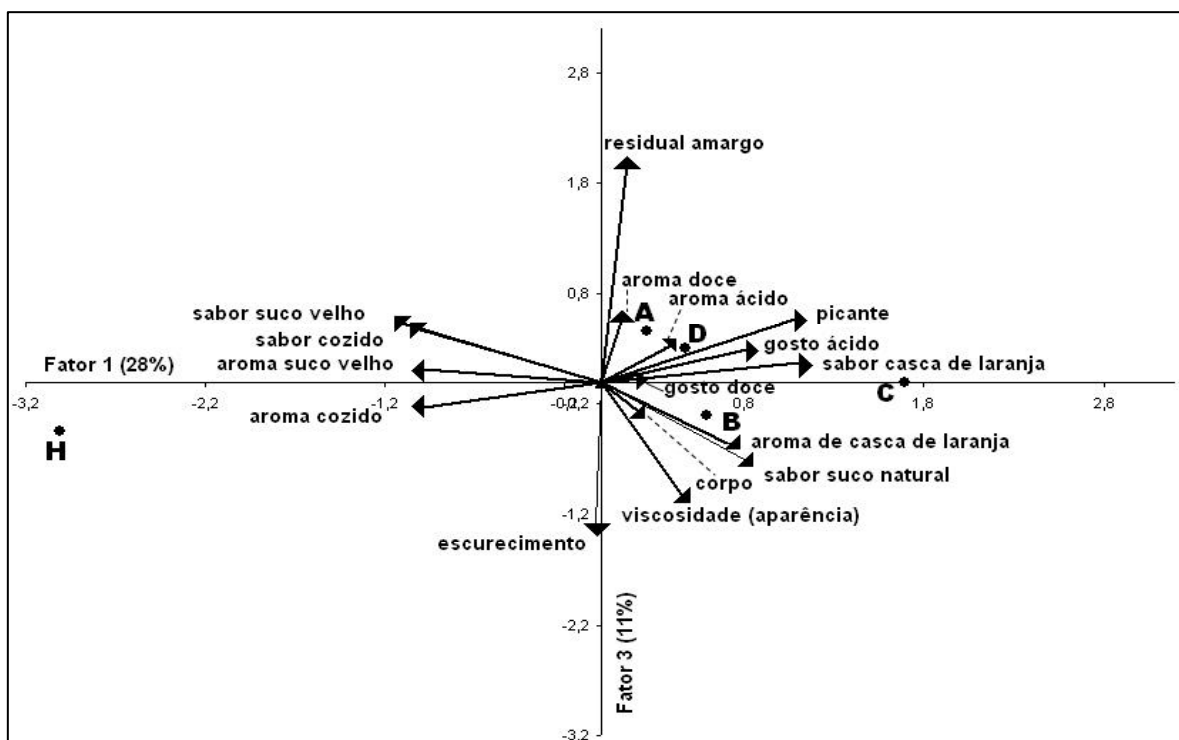


FIGURA 29. Dimensões I e III da Análise de Componentes Principais para amostras de suco de laranja pronto para beber (A; B; C; D - formulações com aromas naturais; e H = amostra comercial) no tempo inicial de armazenamento.

TABELA 9. Médias de intensidade dos atributos sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber no tempo inicial de armazenamento.

Atributo	Amostra / Intensidade ¹				
	A	B	C	D	H
Aparência					
Escurecimento	1,4 ^a	0,5 ^a	1,2 ^a	1,5 ^a	0,7 ^a
Viscosidade	7,6 ^a	5,9 ^a	6,5 ^a	6,5 ^a	3,7 ^b
Aroma					
Doce	4,5 ^a	4,1 ^a	4,8 ^a	6,1 ^a	3,8 ^a
Cozido	3,1 ^{ab}	2,5 ^b	1,1 ^b	2,8 ^b	5,7 ^a
Ácido (Pungência)	2,2 ^a	3,7 ^a	3,8 ^a	3,3 ^a	2,6 ^a
Casca de Laranja	2,6 ^{ab}	4,3 ^{ab}	5,0 ^a	4,5 ^a	1,7 ^b
Suco Velho	0,8 ^b	1,0 ^b	0,2 ^b	1,4 ^{ab}	4,0 ^a
Gosto					
Doce	4,6 ^a	4,9 ^a	5,2 ^a	4,6 ^a	4,7 ^a
Ácido	5,0 ^a	5,3 ^a	5,6 ^a	5,3 ^a	3,2 ^a
Residual Amargo	4,1 ^a	3,0 ^a	3,3 ^a	4,0 ^a	2,2 ^a
Sabor					
Suco Natural	3,3 ^{ab}	3,1 ^{ab}	4,3 ^a	3,7 ^a	1,4 ^b
Cozido	2,3 ^{ab}	2,2 ^{ab}	1,4 ^b	2,2 ^{ab}	4,6 ^a
Casca de Laranja	5,7 ^a	5,7 ^a	6,9 ^a	4,9 ^a	2,0 ^b
Suco Velho	0,8 ^b	0,7 ^b	0,2 ^b	0,8 ^b	3,8 ^a
Picante	4,9 ^{ab}	5,6 ^a	6,9 ^a	5,7 ^a	2,7 ^b
Textura					
Corpo	4,4 ^a	4,7 ^a	5,3 ^a	4,7 ^a	3,4 ^a

¹ Amostras com médias com letras em comum numa mesma linha não diferem significativamente ($p \leq 0,05$).

Conforme pode ser observado nas Figuras 31 a 40, de um modo geral, as amostras elaboradas neste estudo – formulações A, B, C e D - caracterizavam-se inicialmente por apresentar maiores intensidades de aroma e sabor de *casca de laranja*, sabores de *suco natural* e *picante*. Na medida em que o tempo de armazenamento foi aumentando, as intensidades desses atributos foram diminuindo no suco, ocorrendo simultaneamente o aumento na intensidade dos atributos *escurecimento*, aroma e sabor de *suco velho* e *cozido* e *residual amargo*. Assim, as Figuras 34 a 37 sugerem que as formulações C e D – elaboradas com frações de óleo essencial – conservaram seus perfis sensoriais próximos àqueles do suco recém-processado em até 20 dias de armazenamento. Somente após os 40 dias de armazenamento, essas formulações perderam suas características sensoriais iniciais, tendo então já desenvolvido notas mais marcantes de *escurecimento*, *aroma* e *sabor de suco velho e cozido*. Por outro lado, as Figuras

31 a 34 sugerem que os perfis sensoriais das formulações A e B – elaboradas, respectivamente, com óleo essencial integral e frações de essência oleosa - apresentaram-se bastante alterados já aos 20 dias de armazenamento, indicando menor estabilidade sensorial dessas amostras em relação às formulações C e D. Essas alterações sensoriais podem ser também acompanhadas através das médias de intensidade dos atributos sensoriais apresentadas nas Tabelas 10 a 14, como através dos perfis sensoriais representados nas Figuras 41 a 44. Embora grande parte das alterações sensoriais ocorridas nos sucos durante o armazenamento não tenha sido estatisticamente significativa ($p \leq 0,05$; Tabelas 10 a 13), as mesmas foram percebidas pelos consumidores, que registraram queda na aceitação das amostras (Tabela 8).

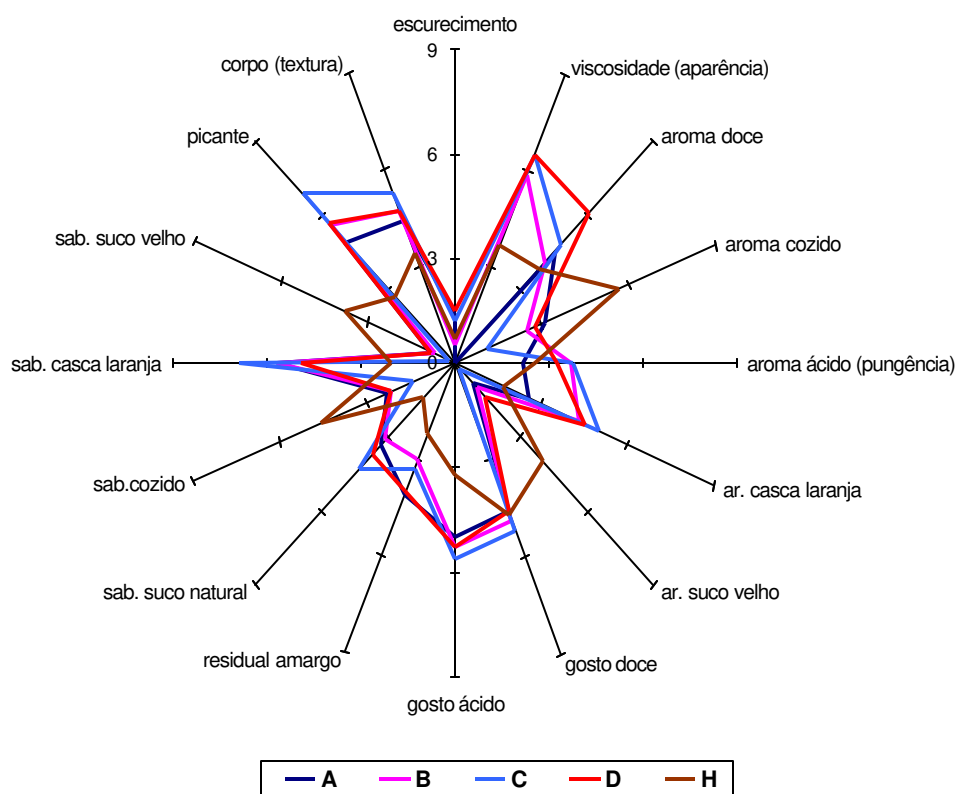


FIGURA 30. Perfis sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber (A, B, C, D e H) no tempo inicial de armazenamento.

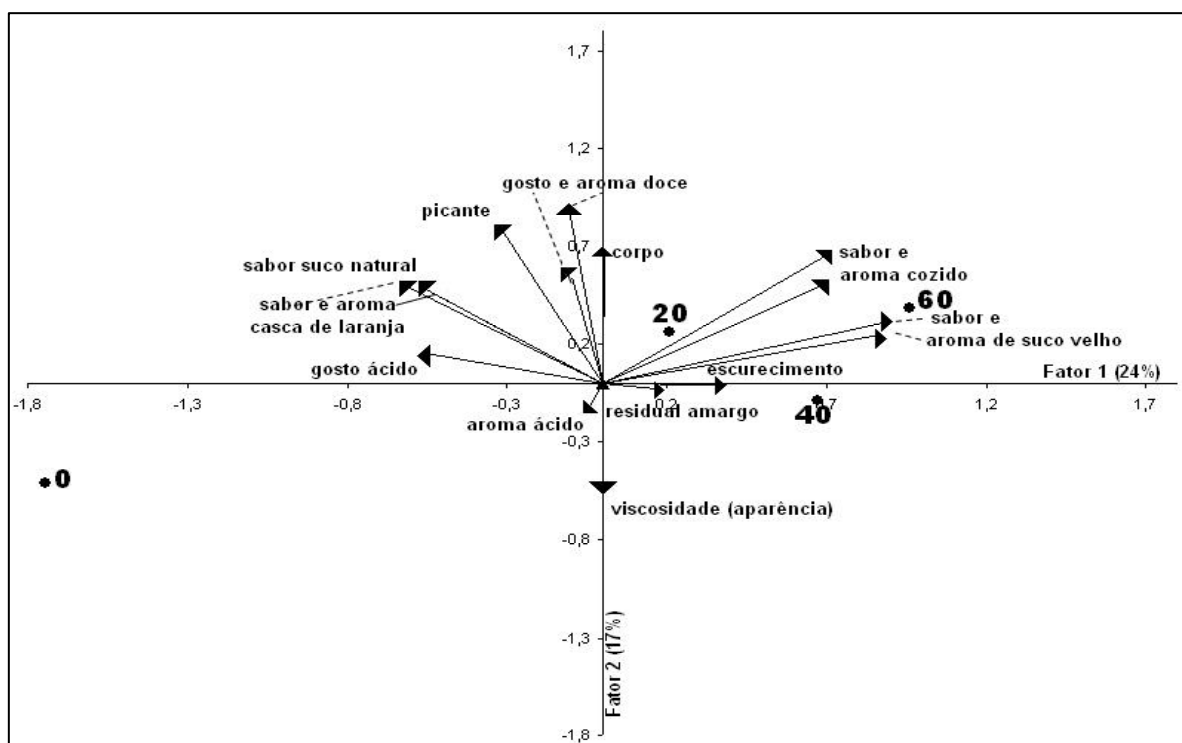


FIGURA 31. Dimensões I e II da Análise de Componentes Principais para a formulação **A** de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0, 20, 40 e 60 dias.

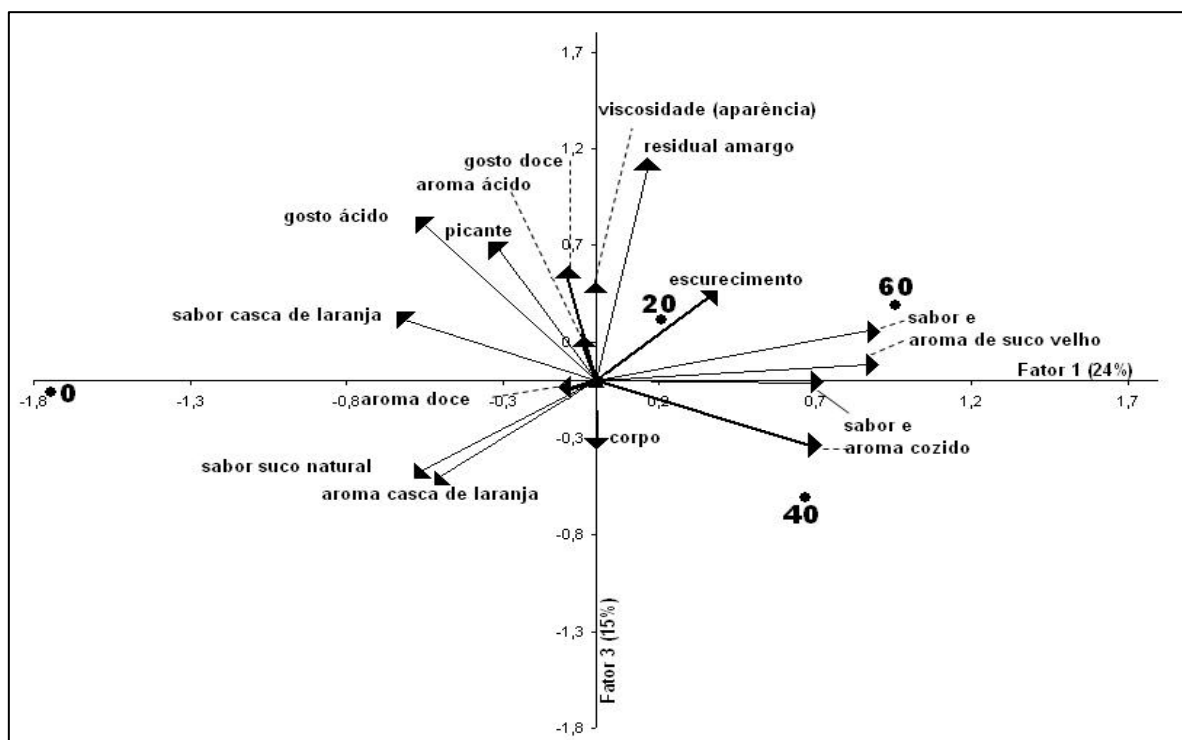


FIGURA 32. Dimensões I e III da Análise de Componentes Principais para a formulação **A** de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0, 20, 40 e 60 dias.

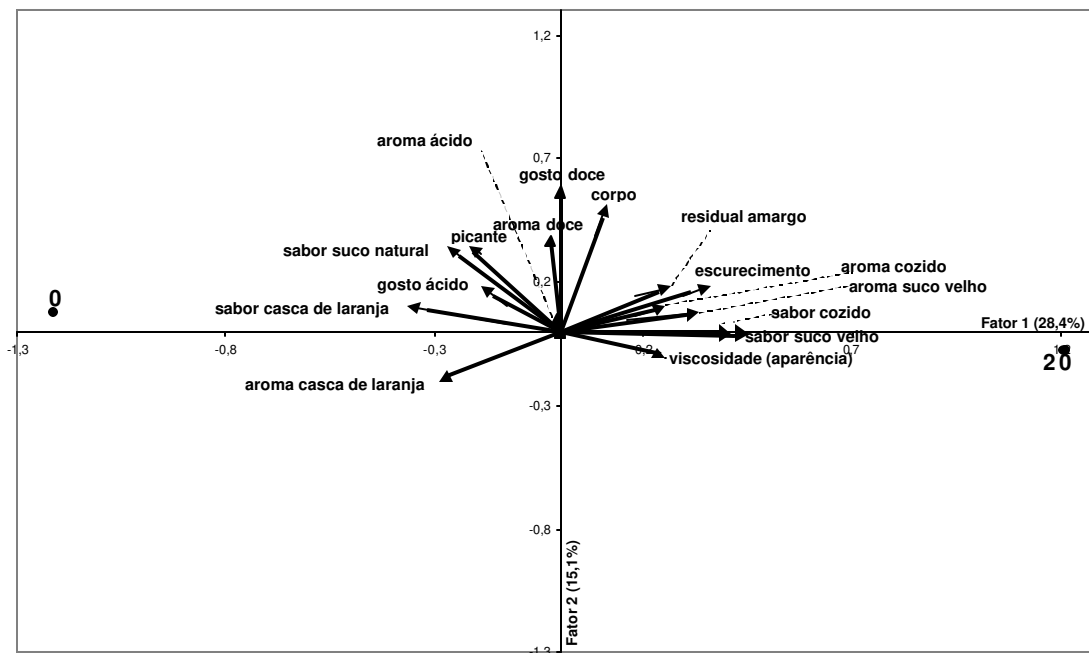


FIGURA 33. Dimensões I e II da Análise de Componentes Principais para a formulação **B** de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0 e 20 dias.

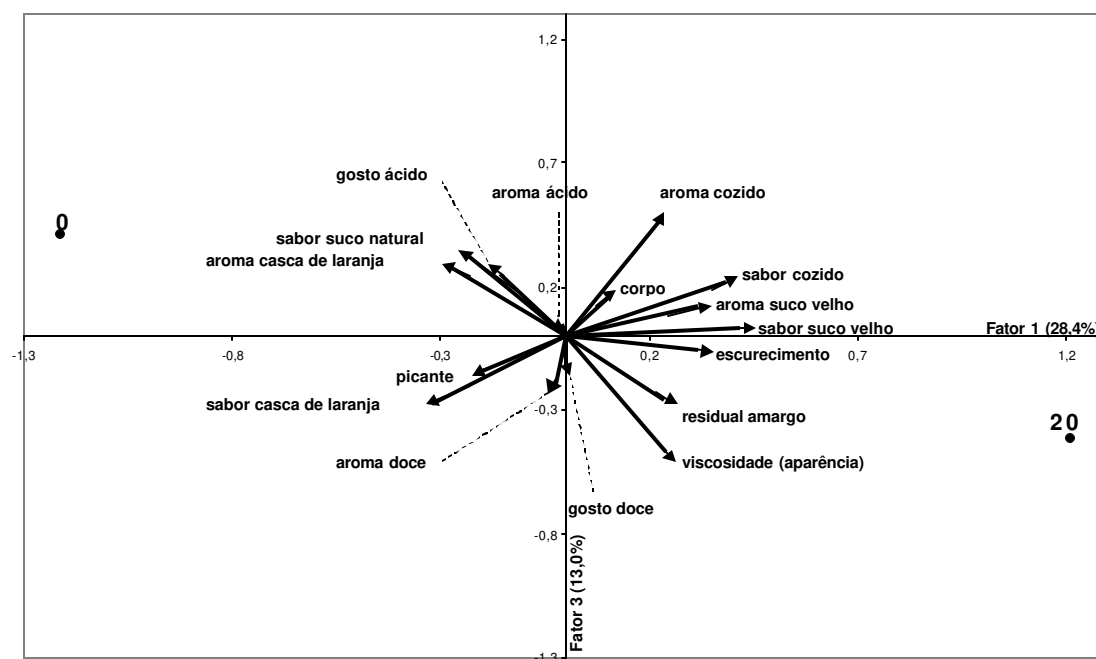


FIGURA 34. Dimensões I e III da Análise de Componentes Principais para a formulação **B** de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0 e 20 dias.

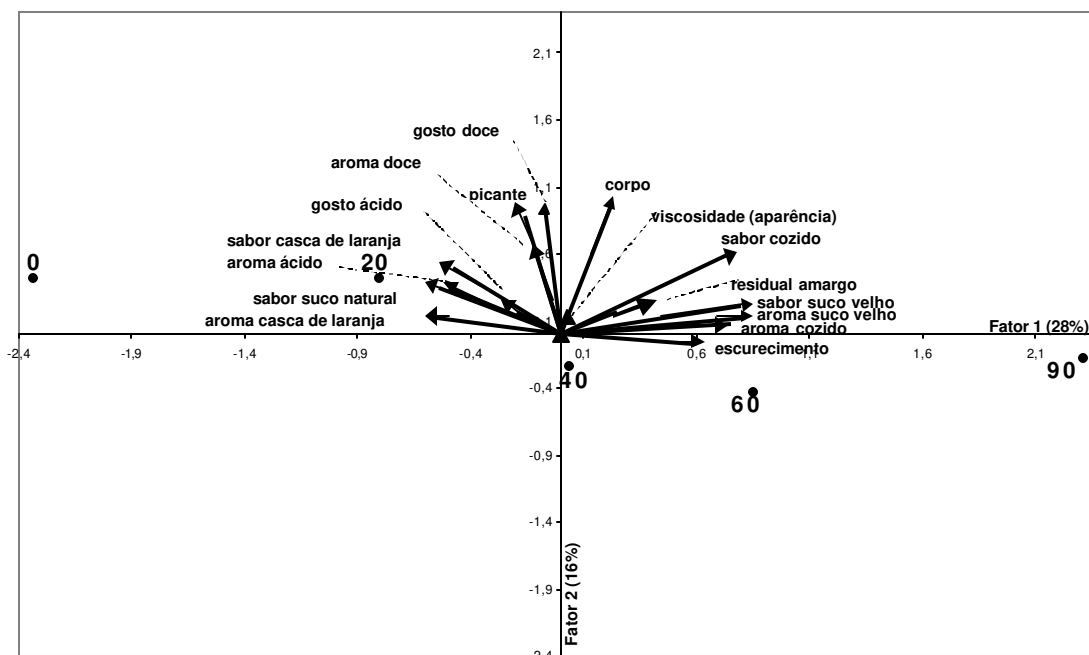


FIGURA 35. Dimensões I e II da Análise de Componentes Principais para a formulação **C** de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0, 20, 40, 60 e 90 dias.

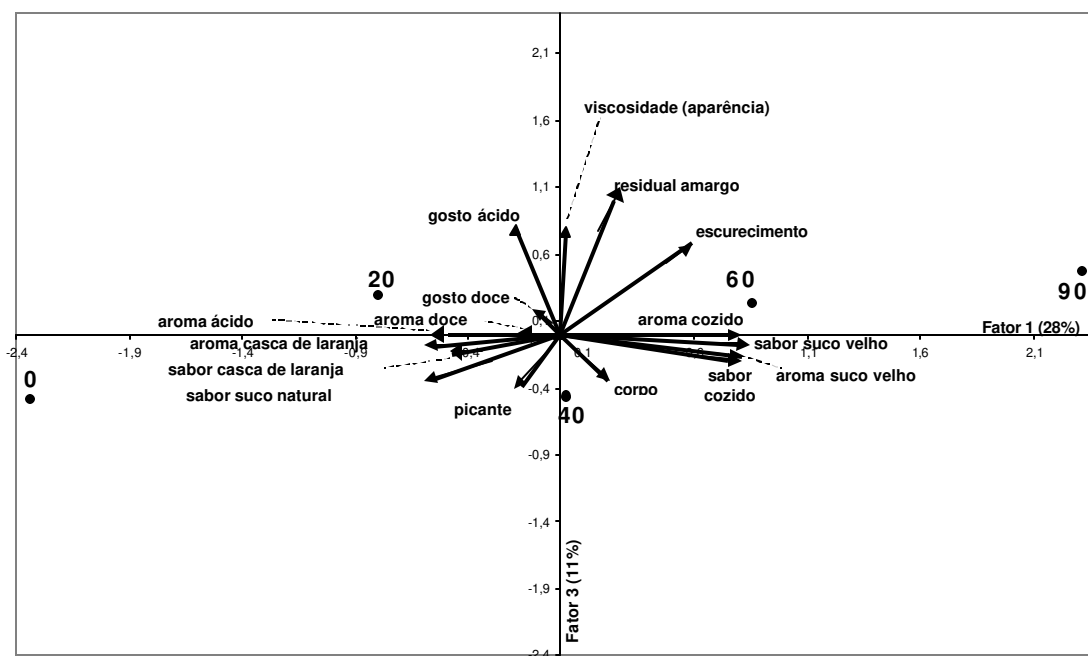


FIGURA 36. Dimensões I e III da Análise de Componentes Principais para a formulação **C** de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0, 20, 40, 60 e 90 dias.

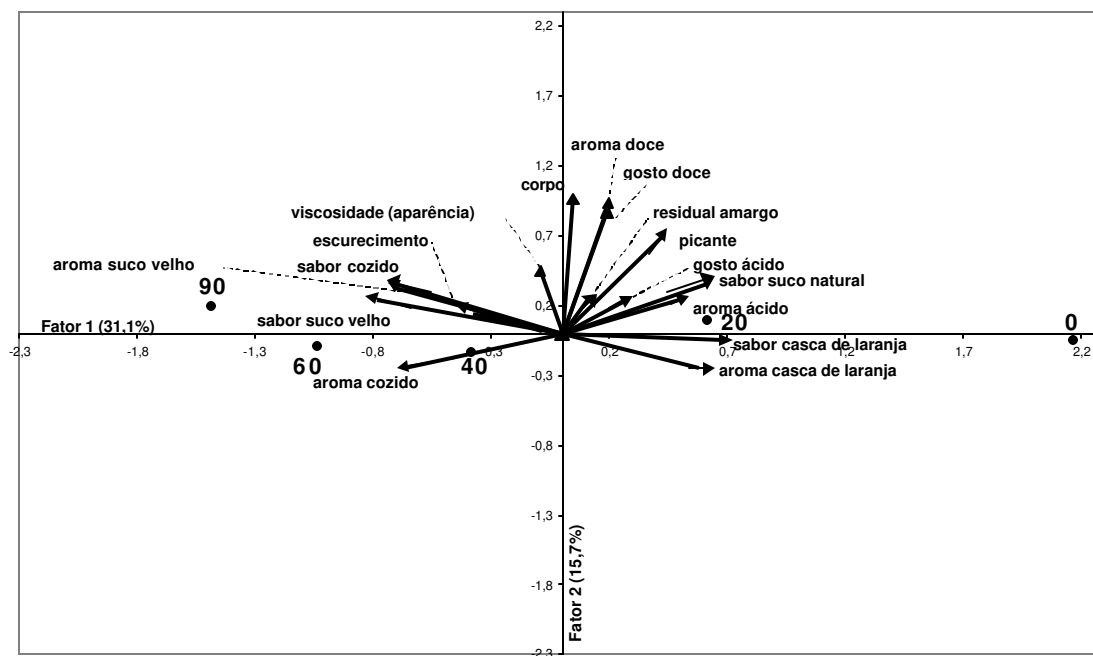


FIGURA 37. Dimensões I e II da Análise de Componentes Principais para a formulação **D** de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0, 20, 40, 60 e 90 dias.

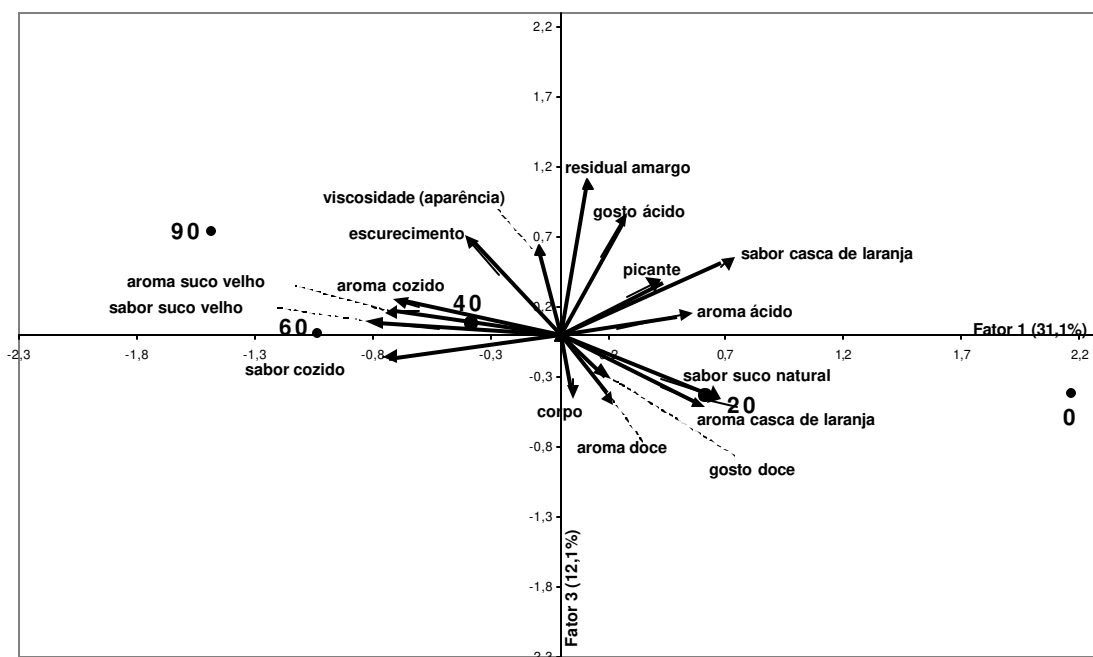


FIGURA 38. Dimensões I e III da Análise de Componentes Principais para a formulação **D** de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0, 20, 40, 60 e 90 dias.

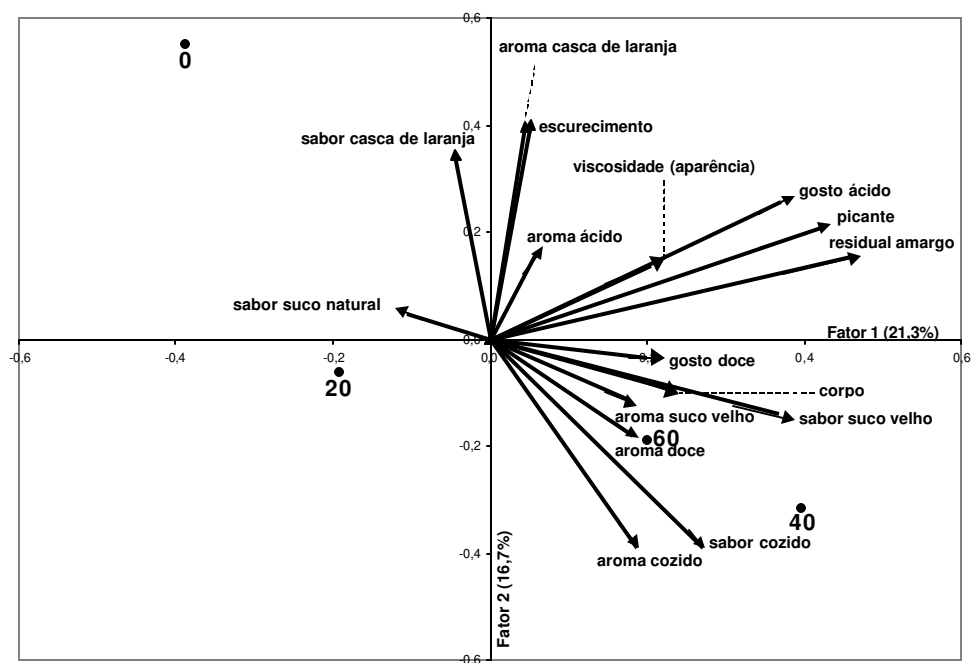


FIGURA 39. Dimensões I e II da Análise de Componentes Principais para a formulação H de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0, 20, 40 e 60 dias.

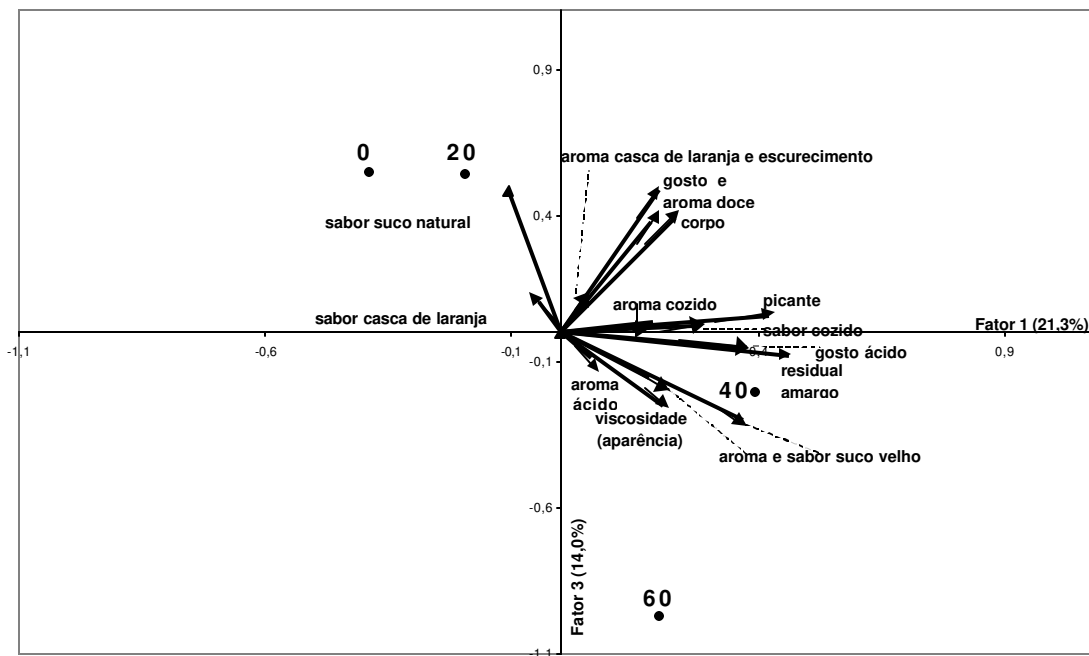


FIGURA 40. Dimensões I e III da Análise de Componentes Principais para a formulação H de suco de laranja pronto para beber armazenada por 0, 20, 40 e 60 dias.

Desta forma, esses resultados sugerem que: i) a adição ao suco do **óleo essencial** combinado a *frações destiladas* do próprio óleo essencial resulta em melhor qualidade e estabilidade sensoriais ao suco de laranja do que sua adição apenas na forma *integral* e, ii) a adição ao suco de compostos voláteis provenientes apenas da **essência oleosa** resulta em suco de baixa estabilidade sensorial, além de baixa qualidade sensorial.

Das Figuras 31 a 34, pode-se observar também que o vetor associado ao atributo aroma *ácido* é muito pequeno, indicando a reduzida importância desse atributo na caracterização das formulações A e B.

Comparando a ACP que representa o perfil sensorial da amostra H (Figuras 39 e 40) com aquelas associadas às formulações elaboradas neste estudo (Figuras 30 a 38), observa-se que a amostra comercial (H) caracterizava-se inicialmente por maiores intensidades de aroma e sabor de *casca de laranja* e sabor de *suco natural*. Entretanto, através das Tabelas de 10 a 14 e das Figuras 30 e 41 a 44, nota-se que as médias de intensidade iniciais desses atributos na amostra comercial (H) correspondem àquelas percebidas nos períodos finais de armazenamento das demais amostras avaliadas (A, B, C e D). Na Figura 30, observa-se também que a amostra comercial H inicialmente já apresentava maiores intensidades de aroma e sabor de suco velho e cozido e intensidades dos demais atributos inferiores àquelas encontradas nas demais amostras, indicando perfil sensorial extremamente distinto aos perfis das formulações A, B, C e D. No entanto, os resultados das avaliações hedônicas apresentados anteriormente (Tabela 8) sugerem a existência de mercado consumidor para suco de laranja com essa qualidade sensorial, uma vez que a média de aceitação dessa amostra diferiu significativamente ($p \leq 0,05$) daquelas observadas às amostras C e D somente a partir de 40 dias de armazenamento. Esse resultado deve ser considerado pelas indústrias cítricas nacionais que tenham interesse em colocar no Brasil sucos de laranja mais competitivos, uma vez que as avaliações hedônicas foram realizadas neste estudo por elevado número de consumidores brasileiros - 106 indivíduos (Tabela 8).

TABELA 10. Médias de intensidade e desvios-padrões (DP) dos atributos sensoriais da formulação **A** de suco de laranja pronto para beber durante o armazenamento.

Atributo	Tempo (dias) / Intensidade*			
	0	20	40	60
Aparência				
Escurecimento	1,4±2,1	1,9±1,4	3,0±2,0	4,6*±1,2
Viscosidade	7,6±1,3	6,6±2,3	5,8±1,1	6,2±4,3
Aroma				
Doce	5,0±2,9	4,1±2,3	4,3±2,0	4,7±0,8
Cozido	3,1±2,4	5,9±2,1	6,0*±2,1	6,9*±3,6
Ácido (Pungência)	2,2±2,1	2,6±2,3	1,8±1,9	2,3±0,0
Casca de Laranja	2,6±2,5	2,1±2,3	2,2±2,5	2,0±0,0
Suco Velho	0,8±1,4	4,3*±3,2	4,1*±2,9	5,4*±1,4
Gosto				
Doce	4,6±2,7	5,2±2,2	4,0±2,4	3,9±0,3
Ácido	5,0±2,1	5,2±2,5	3,6±2,0	5,4±2,9
Residual Amargo	4,1±2,9	4,6±3,3	3,6±2,5	4,4±0,0
Sabor				
Suco Natural	3,3±2,9	1,5±2,6	1,1*±1,6	1,2±0,0
Cozido	2,3±2,3	5,2±2,6	4,6±2,7	5,3*±1,1
Casca de Laranja	5,7±2,2	5,1±2,9	3,3±2,9	5,5±2,0
Suco Velho	0,8±1,3	3,6±3,6	3,4±2,6	5,2*±1,2
Picante	5,0±2,3	5,6±2,5	4,7±2,9	5,2±2,7
Textura				
Corpo	4,4±2,1	4,6±2,2	5,0±2,4	4,0±2,1

*Amostra que diferiu significativamente ($p \leq 0,05$) de sua amostra controle (amostra do tempo inicial armazenada sob congelamento).

TABELA 11. Médias de intensidade e desvios-padrões (DP) dos atributos sensoriais da formulação **B** de suco de laranja pronto para beber durante o armazenamento.

Atributo	Tempo (dias) / Intensidade*	
	0	20
Aparência		
Escurecimento	0,5±1,2	2,9*±1,8
Viscosidade	5,9±2,3	7,9*±1,2
Aroma		
Doce	4,1±2,4	4,8±3,0
Cozido	2,5±2,4	4,1±2,9
Ácido (Pungência)	3,7±2,2	2,7±2,2
Casca de Laranja	4,3±2,7	2,1±2,0
Suco Velho	1,0±1,6	4,0±3,1
Gosto		
Doce	4,9±2,7	4,6±3,7
Ácido	5,3±1,2	2,9*±2,6
Residual Amargo	3,0±2,2	4,0±3,5
Sabor		
Suco Natural	3,1±2,6	1,0±2,3
Cozido	2,2±1,9	3,3±3,0
Casca de Laranja	5,7±2,8	4,9±3,5
Suco Velho	0,7±0,9	3,6±3,5
Picante	5,6±1,1	5,2±2,9
Textura		
Corpo	4,7±1,7	4,2±1,9

*Amostra que diferiu significativamente ($p \leq 0,05$) de sua amostra controle (amostra do tempo inicial armazenada sob congelamento).

TABELA 12. Médias de intensidade e desvios-padrões (DP) dos atributos sensoriais da formulação **C** de suco de laranja pronto para beber durante o armazenamento.

Atributo	Tempo (dias) / Intensidade*				
	0	20	40	60	90
Aparência					
Escurecimento	1,2±1,5	1,7±1,9	2,5±2,2	5,2*±2,5	7,1*±1,2
Viscosidade	6,5±1,9	7,0±1,5	5,9±2,0	6,4*±1,3	6,2±2,1
Aroma					
Doce	4,8±3,3	5,9±2,6	5,3±2,1	5,2±2,7	4,3±2,7
Cozido	1,1±1,4	3,9*±2,6	4,7±2,0	5,0*±2,7	6,2*±2,3
Ácido (Pungência)	3,8±2,4	4,0±2,6	2,6±2,1	2,5±1,7	2,5±2,5
Casca de Laranja	5,0±2,2	4,0±2,9	3,6±2,6	3,3±3,2	2,2±1,9
Suco Velho	0,2±0,3	2,8±3,2	3,1±2,2	4,3*±3,2	6,2*±3,1
Gosto					
Doce	5,2±2,5	4,6±2,4	4,4±1,9	3,7±1,9	4,1±3,1
Ácido	5,6±2,5	5,8±1,8	4,3±2,8	5,1±2,1	5,4±2,8
Residual Amargo	3,3±3,2	5,4±3,3	4,1±2,5	4,9±3,1	6,0±2,0
Sabor					
Suco Natural	4,3±2,6	2,7±2,9	2,2±1,7	0,9*±1,1	0,9±1,6
Cozido	1,4±1,8	2,8±2,9	3,8±2,6	3,7±2,4	5,5*±2,4
Casca de Laranja	6,9±1,6	6,2±2,4	5,0±2,7	5,1±2,5	3,6±2,2
Suco Velho	0,2±0,5	1,7±2,9	2,3±1,8	3,5±3,4	6,0*±3,0
Picante	6,9±1,7	6,1±2,3	4,8±2,6	4,5±3,0	4,5±2,6
Textura					
Corpo	5,3±2,2	5,0±2,5	4,8±2,0	4,8±2,1	5,3±2,7

*Amostra que diferiu significativamente ($p \leq 0,05$) de sua amostra controle (amostra do tempo inicial armazenada sob congelamento).

TABELA 13. Médias de intensidade e desvios-padrões (DP) dos atributos sensoriais da formulação **D** de suco de laranja pronto para beber durante o armazenamento.

Atributo	Tempo (dias) / Intensidade*				
	0	20	40	60	90
Aparência					
Escurecimento	1,5±2,0	2,1±2,4	4,0*±2,2	4,9*±2,4	6,5*±1,6
Viscosidade	6,5±1,6	6,1±2,7	5,9±2,2	6,4±1,3	6,1±2,2
Aroma					
Doce	6,1±2,4	4,6±2,8	4,7±1,9	4,9±2,1	4,9±2,3
Cozido	2,8±3,0	5,9±2,3	5,0±2,9	5,8±2,3	6,3*±2,6
Ácido (Pungência)	3,3±2,9	2,8±2,9	2,6±1,3	3,0±2,7	1,9±1,4
Casca de Laranja	4,5±2,6	1,8±2,3	2,1±2,2	2,9±1,6	1,4±1,1
Suco Velho	1,4±2,6	3,3±2,3	4,3*±3,0	3,7±3,6	6,1*±3,1
Gosto					
Doce	4,6±2,9	5,6±2,6	4,6±2,0	4,4±3,1	5,0±2,2
Ácido	5,3±1,9	4,7±2,9	4,0±3,0	4,5±1,5	5,7±2,2
Residual Amargo	4,0±2,9	3,3±3,2	4,9±2,4	3,4±2,2	4,9*±2,6
Sabor					
Suco Natural	3,7±2,4	2,8±2,7	1,3±1,8	1,8±2,9	0,4*±0,6
Cozido	2,2±2,6	3,5±2,4	4,4±3,1	5,4±2,9	5,6*±2,6
Casca de Laranja	4,9±2,8	4,9±3,1	3,5±2,7	3,3*±2,7	3,4±2,5
Suco Velho	0,8±1,2	2,0±2,4	4,4*±3,4	3,9±3,5	6,2*±2,8
Picante	5,7±2,3	4,7±3,0	4,5±3,0	4,2±2,7	3,4±2,3
Textura					
Corpo	4,7±2,4	4,9±1,7	4,6±2,4	4,4±2,5	4,3±2,2

*Amostra que diferiu significativamente ($p \leq 0,05$) de sua amostra controle (amostra do tempo inicial armazenada sob congelamento).

TABELA 14. Médias de intensidade e desvios-padrões (DP) dos atributos sensoriais da formulação **H** de suco de laranja pronto para beber durante o armazenamento.

Atributo	Tempo (dias) / Intensidade*			
	0	20	40	60
Aparência				
Escurecimento	0,7±1,0	0,3±0,6	0,6±0,9	0,7±0,8
Viscosidade	3,7±2,6	4,0±2,5	3,7±2,3	3,5±1,9
Aroma				
Doce	3,8±2,7	3,9±2,9	3,9±2,3	3,2±2,3
Cozido	5,7±2,3	6,5±1,6	6,3±1,9	6,4±1,8
Ácido (Pungência)	2,6±2,5	1,8±1,6	2,3±2,5	2,6±2,3
Casca de Laranja	1,7±1,4	1,3±1,3	1,2±1,0	0,7±0,7
Suco Velho	4,0±3,2	5,1±3,0	7,3±1,7	6,8±2,3
Gosto				
Doce	4,7±2,6	5,6±2,5	4,6±2,8	2,4±2,5
Ácido	3,2±2,8	3,7±2,9	3,4±2,4	4,4±2,9
Residual Amargo	2,2±2,8	1,4±2,7	3,1±3,0	3,1±2,9
Sabor				
Suco Natural	1,4±1,6	1,3±2,2	0,6±1,0	0,3±0,5
Cozido	4,6±2,9	4,6±2,1	5,5±2,4	4,6±2,2
Casca de Laranja	2,0±2,2	1,9±2,1	1,2±1,5	1,2±1,1
Suco Velho	3,8±2,7	3,9±3,1	5,4±2,8	6,6±2,1
Picante	2,7±2,4	3,0±2,7	2,7±2,9	3,0±1,6
Textura				
Corpo	3,4±2,9	3,4±2,1	3,4±2,5	2,0±2,3

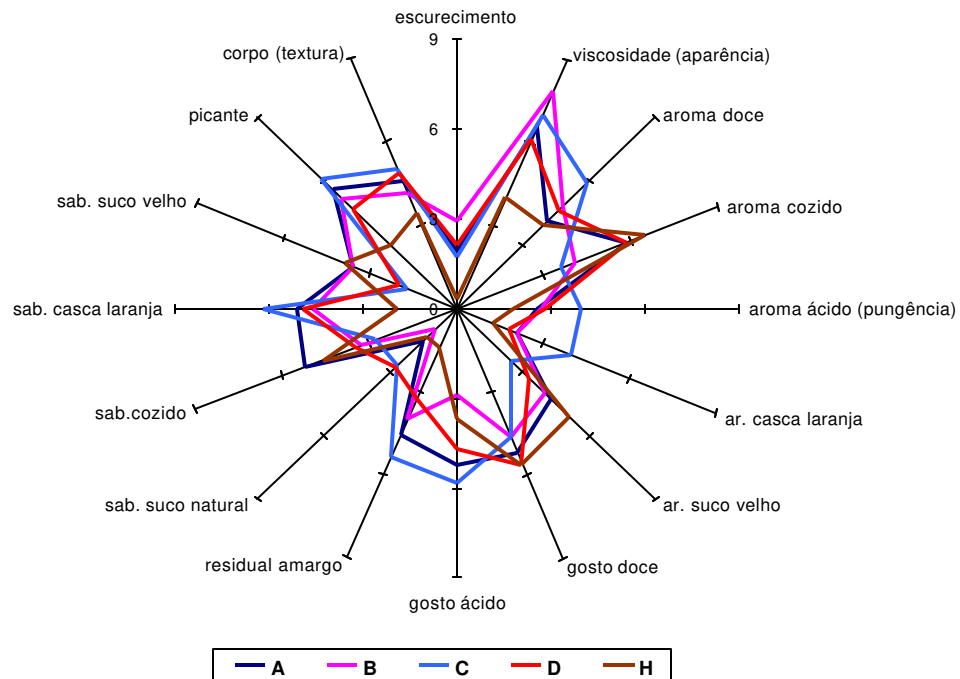


FIGURA 41. Perfis sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber (A, B, C, D e H) aos 20 dias de armazenamento.

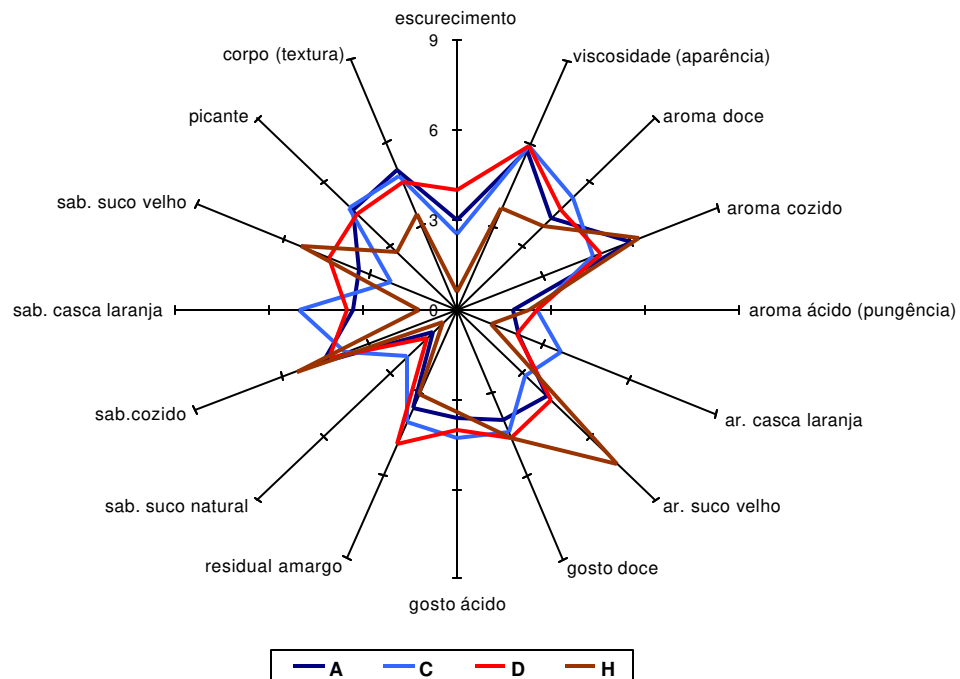


FIGURA 42. Perfis sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber (A, C, D e H) aos 40 dias de armazenamento.

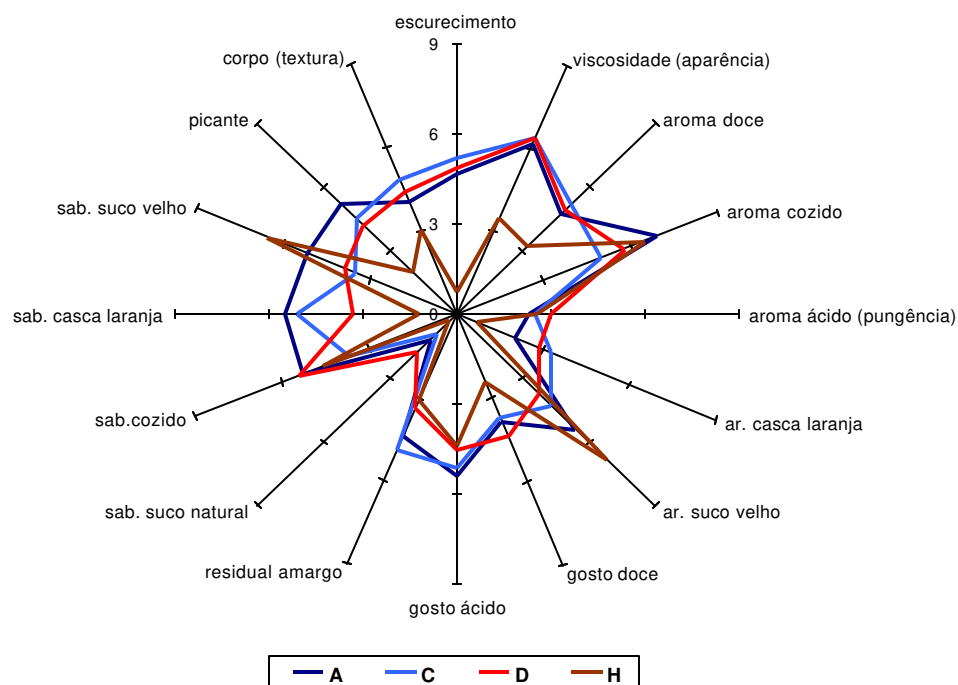


FIGURA 43. Perfis sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber (A, C, D e H) aos 60 dias de armazenamento.

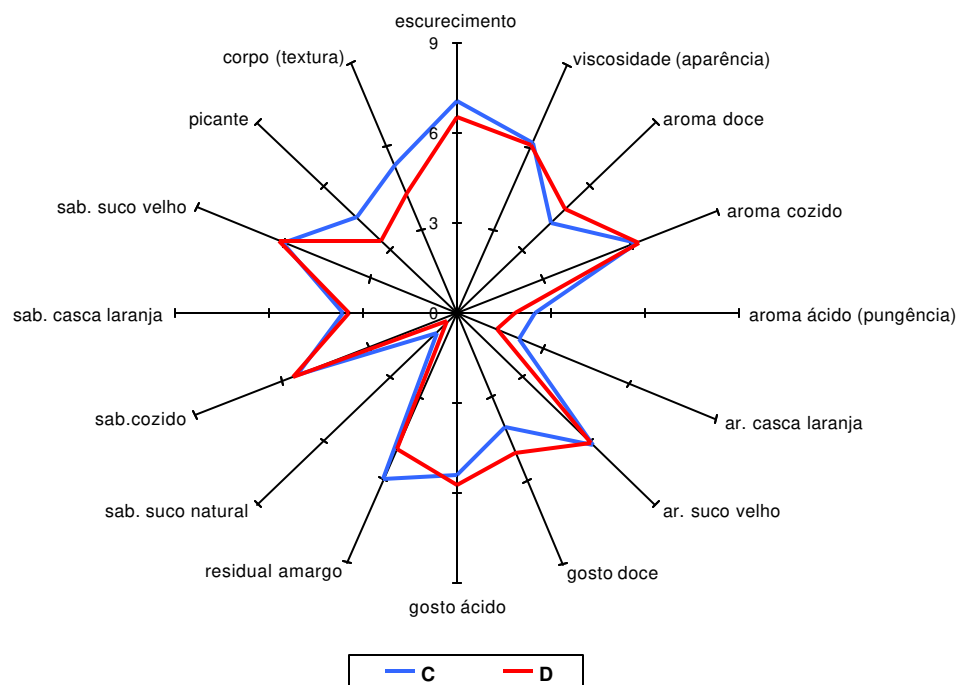


FIGURA 44. Perfis sensoriais das formulações de suco de laranja pronto para beber (C e D) aos 90 dias de armazenamento.

Como ferramenta auxiliar na avaliação das alterações sensoriais ocorridas nos sucos de laranja prontos para beber durante o armazenamento, os dados obtidos para cada descritor que compôs o perfil sensorial das amostras foram submetidos à análise de regressão linear simples em função do tempo de armazenamento. As equações de regressão geradas, para cada atributo e cada amostra, bem como os respectivos coeficientes de determinação (R^2) e níveis de significância ($p \leq 0,10$) estão apresentados na Tabela 15. Essas equações matemáticas, de fórmula genérica $y = a + bx$, expressam a taxa de aumento – através do sinal positivo - ou redução – através do sinal negativo - da intensidade do atributo sensorial em cada amostra durante o armazenamento da bebida.

Como pode ser observado na Tabela 15, para muitos atributos sensoriais, principalmente aqueles associados às amostras A e H, a regressão linear não foi significativa ($p \leq 0,10$), muito possivelmente devido ao reduzido número de pontos ($n = 5$) para se obter a equação de uma reta. Nesses casos, as médias dos atributos das amostras envolvidas foram disponibilizadas graficamente nas Figuras de 45 a 59, com o objetivo de se visualizar as variações sensoriais ocorridas durante o armazenamento dos sucos e verificar a existência de alguma tendência de aumento ou redução da intensidade dos atributos. As médias de intensidade dos atributos observadas na formulação B foram também incluídas nesses gráficos, já que o reduzido número de pontos obtidos ($n = 2$) na avaliação dessa amostra não permitiu que se realizasse a análise de regressão.

De um modo geral, os coeficientes angulares (b) das equações obtidas para um mesmo atributo apresentaram-se bastante similares entre as amostras avaliadas (A, C, D e H), enquanto que o mesmo não ocorreu em relação aos coeficientes lineares (a). Assim, as equações lineares obtidas para um atributo, em geral, expressam taxas de variação similares ao longo do armazenamento para amostras distintas, porém, com intensidades iniciais do atributo em diferentes valores.

TABELA 15. Equações de regressão, respectivos coeficientes de determinação ajustados (R^2_{aj}) e níveis de significância, para cada atributo e cada formulação de suco de laranja pronto para beber (A, C, D e H).

Atributo Sensorial	Equação de Regressão / (Coeficiente de Determinação – R^2)			
	Amostra A	Amostra C	Amostra D	Amostra H
APARÊNCIA				
Escurecimento	$y = 1,12 + 0,053x$ (0,92)*	$y = 0,60 + 0,070x$ (0,92)*	$y = 1,36 + 0,058x$ (0,97)*	ns
Viscosidade	Ns	ns	ns	ns
AROMA				
Doce	Ns	ns	ns	ns
Cozido	$y = 3,75 + 0,057x$ (0,72)**	$y = 2,06 + 0,050x$ (0,80)*	ns	ns
Ácido (Pungência)	Ns	$y = 3,84 - 0,018x$ (0,59)**	$y = 3,24 - 0,012x$ (0,56)**	ns
Casca de Laranja	Ns	$y = 4,83 - 0,029x$ (0,95)*	ns	$y = 1,69 - 0,015x$ (0,92)*
Suco Velho	Ns	$y = 0,75 + 0,061x$ (0,93)*	$y = 1,87 + 0,045x$ (0,80)*	ns
GOSTO				
Doce	Ns	$y = 4,96 - 0,013x$ (0,58)**	ns	ns
Ácido	Ns	ns	ns	ns
Residual Amargo	Ns	ns	ns	ns
SABOR				
Suco Natural	Ns	$y = 3,79 - 0,038x$ (0,83)*	$y = 3,45 - 0,034x$ (0,83)*	ns
Cozido	Ns	$y = 1,70 + 0,041x$ (0,91)*	$y = 2,60 + 0,038x$ (0,88)*	ns
Casca de Laranja	Ns	$y = 6,84 - 0,035x$ (0,93)*	$y = 4,84 - 0,020x$ (0,63)**	$y = 2,04 - 0,015x$ (0,77)**
Suco Velho	$y = 1,30 + 0,065x$ (0,77)**	$y = 0,15 + 0,062x$ (0,97)*	$y = 1,04 + 0,058x$ (0,88)*	$y = 3,44 + 0,049x$ (0,87)*
Picante	Ns	$y = 6,54 - 0,028x$ (0,75)*	$y = 5,47 - 0,023x$ (0,92)*	ns
TEXTURA				
Corpo	Ns	ns	$y = 4,83 - 0,006x$ (0,66)**	ns

*Regressão linear significativa, a $p = 0,05$; **Regressão linear significativa, a $p = 0,10$; ns: regressão linear não significativa, a $p \leq 0,10$.

Dentre as equações de regressão significativas ($p \leq 0,10$; Tabela 15) obtidas, aquelas que expressam **aumento de intensidade** durante o armazenamento estão associadas aos seguintes atributos e amostras: *escurecimento* (formulações A, C e D), aromas *cozido* (A e C) e de *suco velho* (C e D), sabores *cozido* (C e D) e de *suco velho* (A, C, D e H). O aumento das

intensidades desses atributos já foi anteriormente comentado e era natural que ocorresse. As equações que expressam **redução de intensidade** estão associadas aos seguintes atributos e amostras: aromas *ácido* (C e D) e de *casca de laranja* (C e H), gosto *doce* (C), sabores de *suco natural* (C e D), de *casca de laranja* (C, D e H) e *picante* (C e D) e *corpo* (D).

Com o objetivo de se avaliar a correlação entre os dezesseis atributos sensoriais descritivos das formulações de suco de laranja pronto para beber, foram calculados os coeficientes de correlação de Pearson entre os atributos sensoriais, os quais estão apresentados na Tabela 16. Nessa tabela, os coeficientes de correlação que estão apresentados em negrito são aqueles que mostraram-se significativos a $p \leq 0,05$.

Os coeficientes indicam que houve alta correlação positiva ($\geq 0,70$), a $p \leq 0,05$, entre os atributos *escurecimento*, aromas e sabores *cozido* e de *suco velho*, todos eles associados à perda de qualidade durante o armazenamento do suco de laranja.

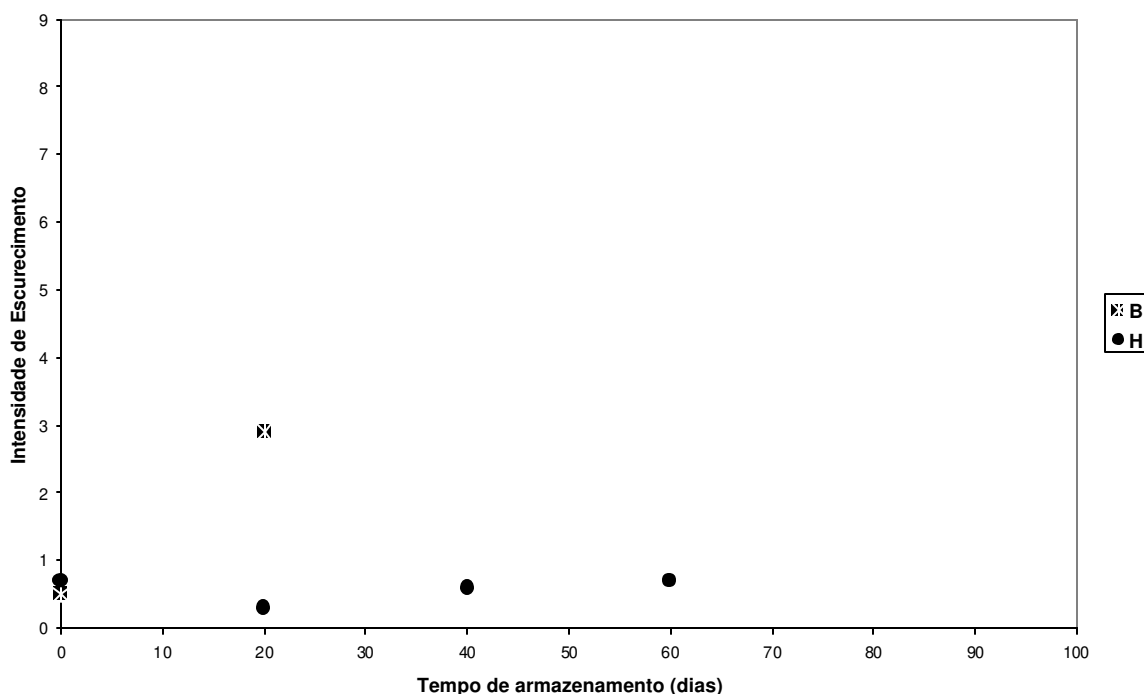


FIGURA 45. Médias de intensidade de **escurecimento** obtidas para as amostras **B** e **H** ao longo do armazenamento.

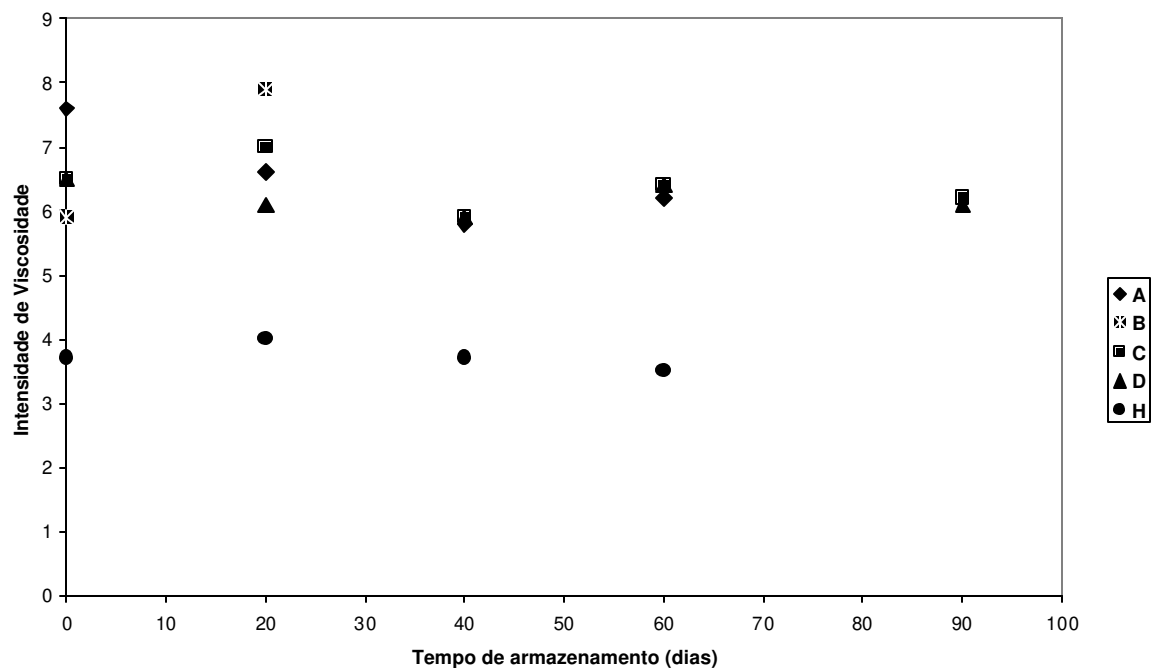


FIGURA 46. Médias de intensidade de **viscosidade** obtidas para as amostras **A**, **B**, **C**, **D** e **H** ao longo do armazenamento.

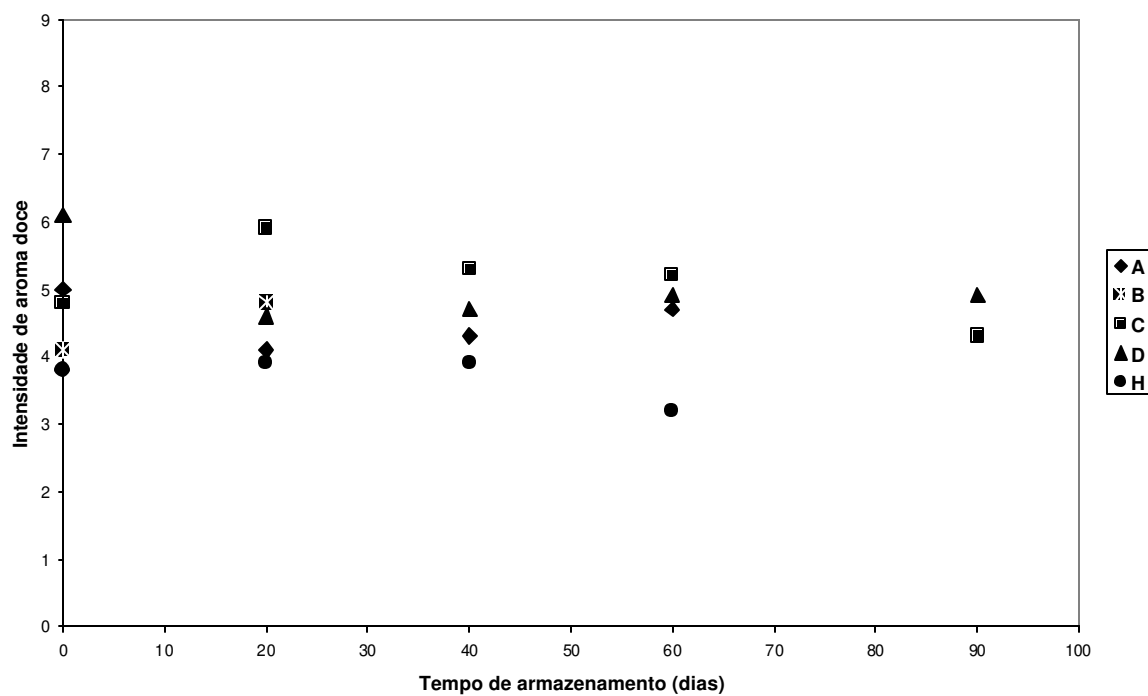


FIGURA 47. Médias de intensidade de **aroma doce** obtidas para as amostras **A**, **B**, **C**, **D** e **H** ao longo do armazenamento.

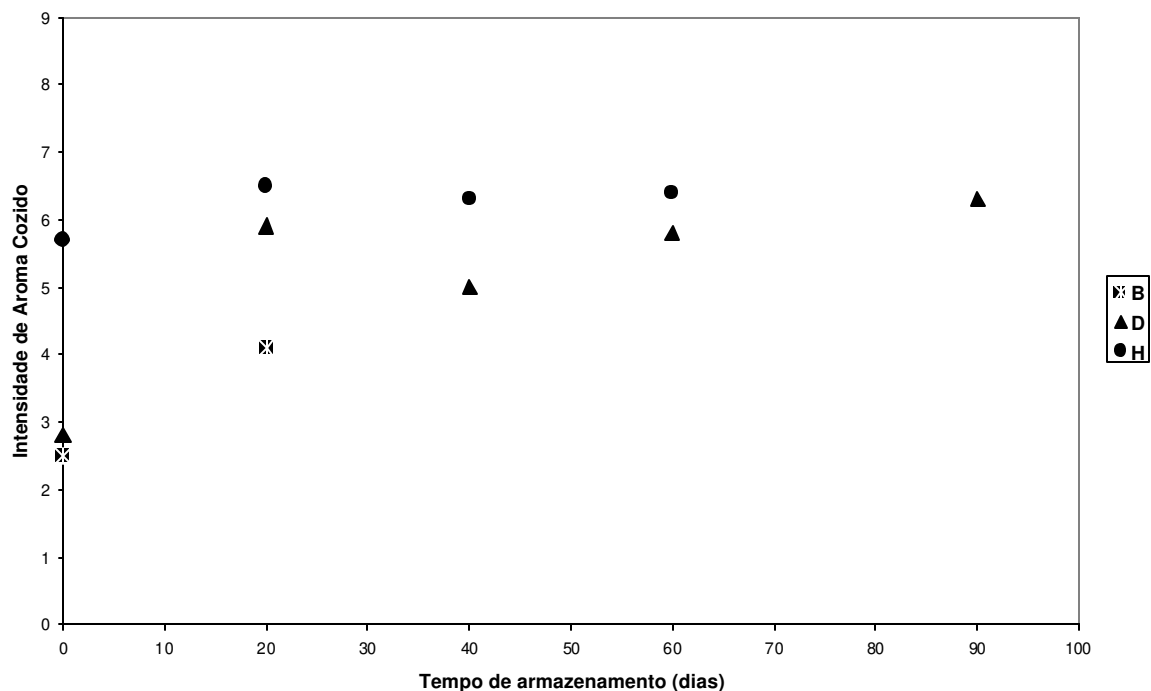


FIGURA 48. Médias de intensidade de **aroma cozido** obtidas para as amostras **B**, **D** e **H** ao longo do armazenamento.

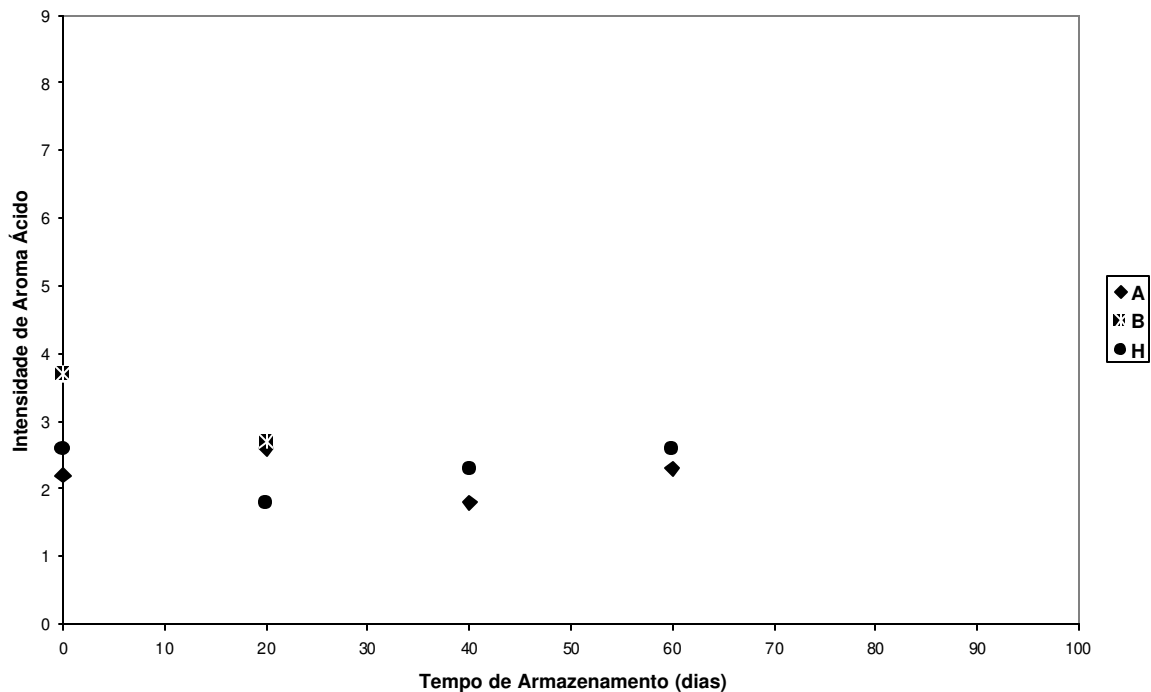


FIGURA 49. Médias de intensidade de **aroma ácido** obtidas para as amostras **A**, **B** e **H** ao longo do armazenamento.

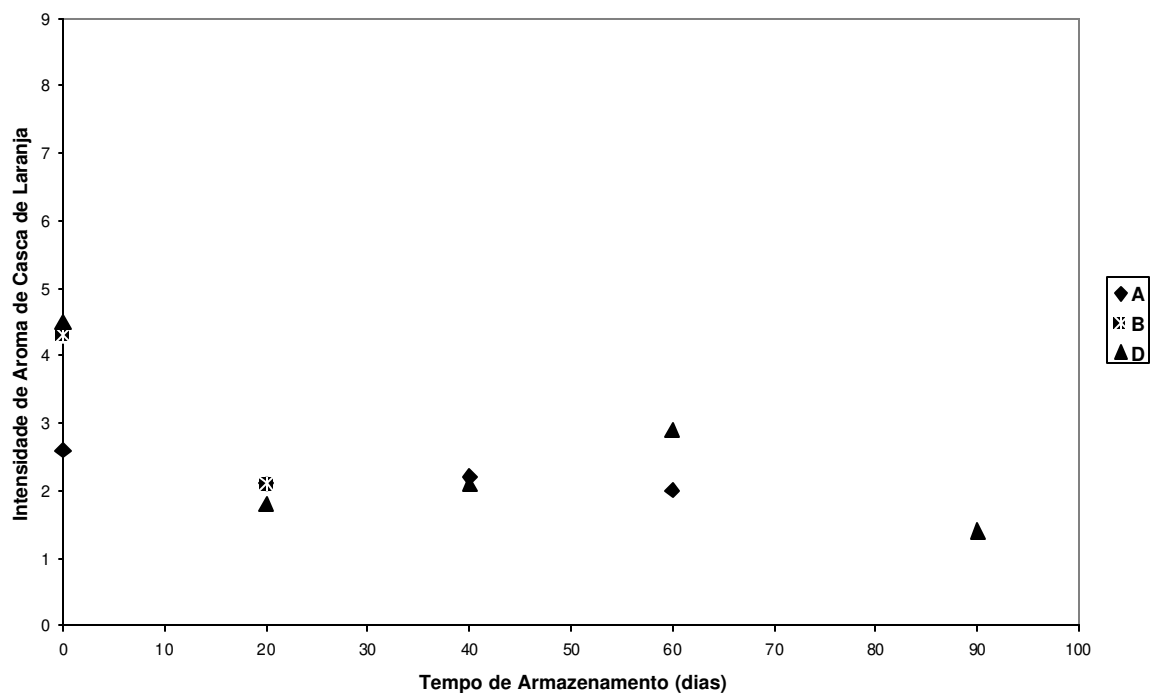


FIGURA 50. Médias de intensidade de **aroma de casca de laranja** obtidas para as amostras **A**, **B** e **D** ao longo do armazenamento.

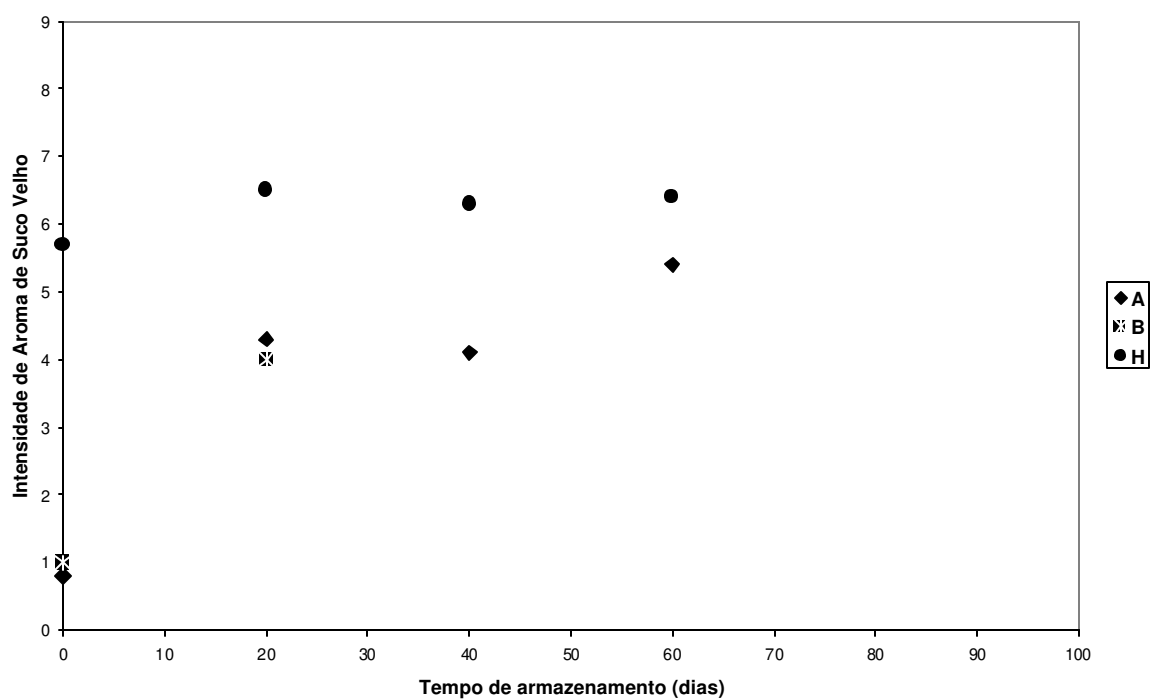


FIGURA 51. Médias de intensidade de **aroma de suco velho** obtidas para as amostras **A**, **B** e **H** ao longo do armazenamento.

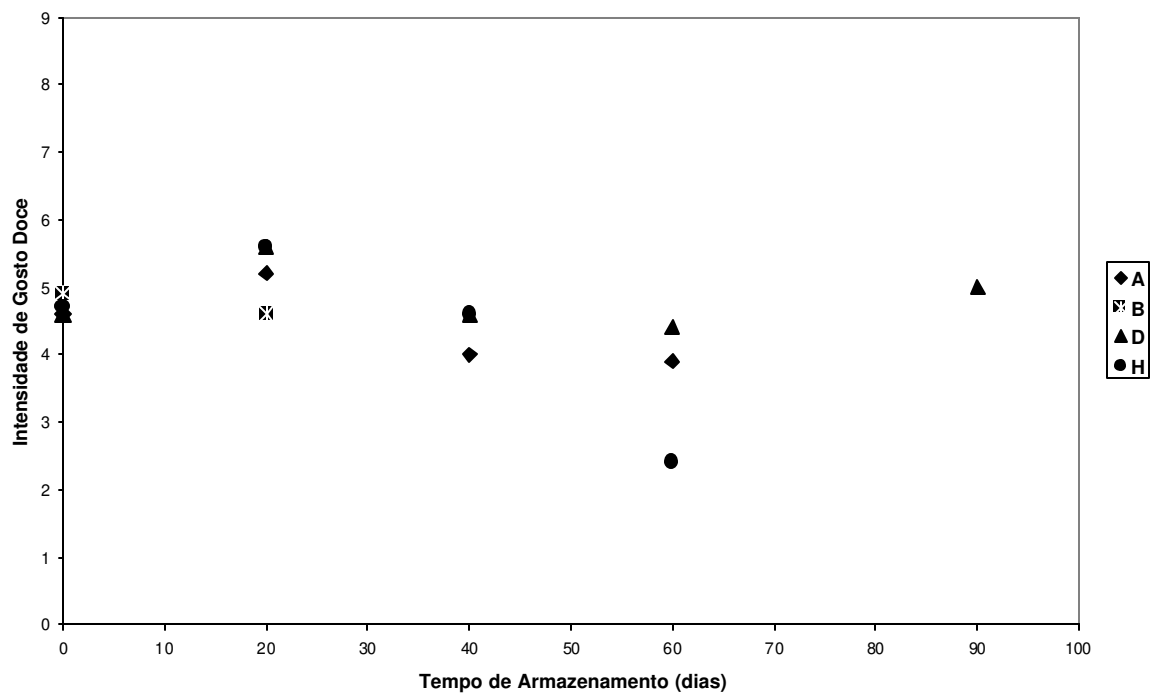


FIGURA 52. Médias de intensidade de **gosto doce** obtidas para as amostras **A**, **B**, **D** e **H** ao longo do armazenamento.

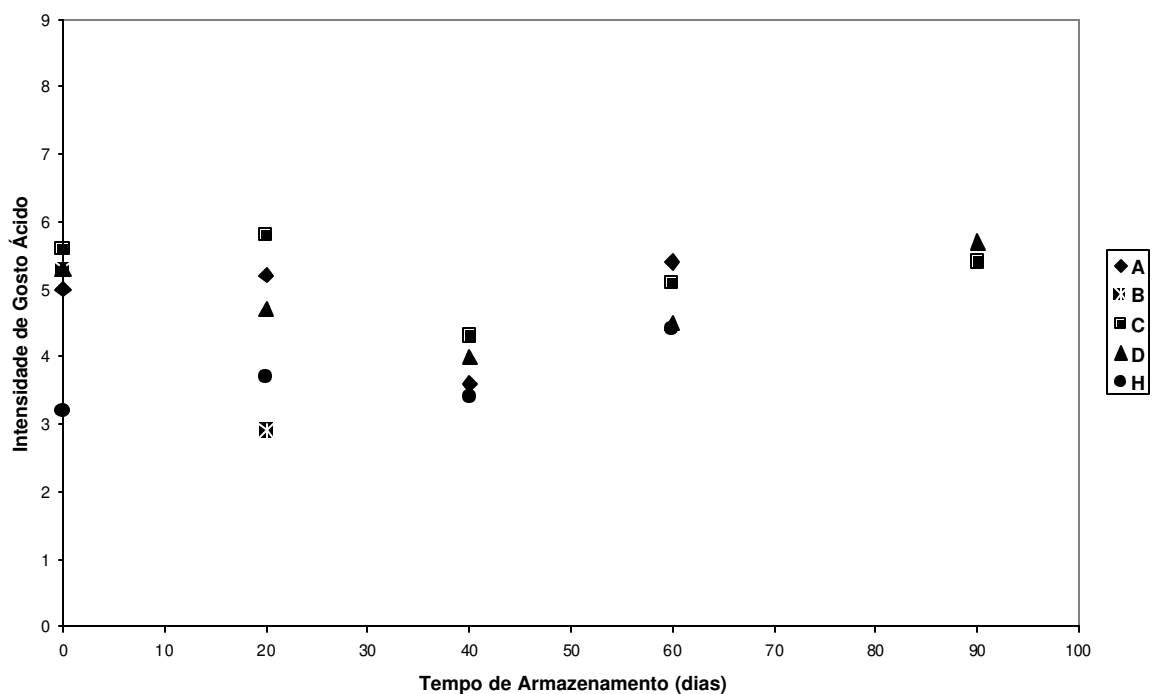


FIGURA 53. Médias de intensidade de **gosto ácido** obtidas para as amostras **A**, **B**, **C**, **D** e **H** ao longo do armazenamento.

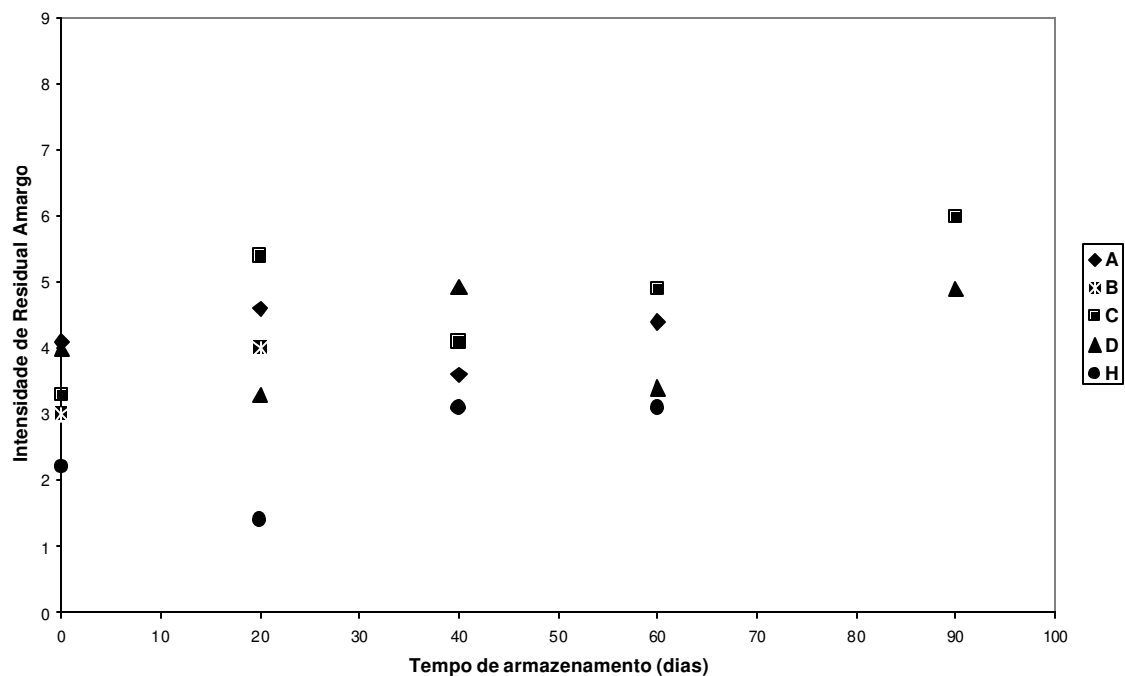


FIGURA 54. Médias de intensidade de **residual amargo** obtidas para as amostras **A, B, C, D e H** ao longo do armazenamento.

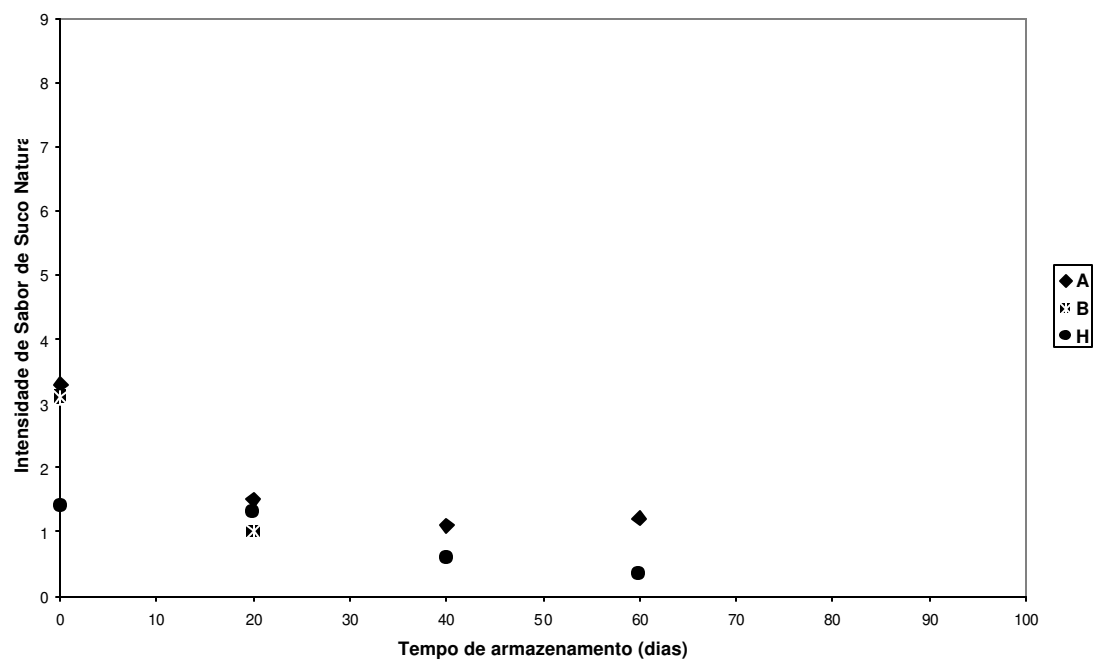


FIGURA 55. Médias de intensidade de **sabor de suco natural** obtidas para as amostras **A, B e H** ao longo do armazenamento.

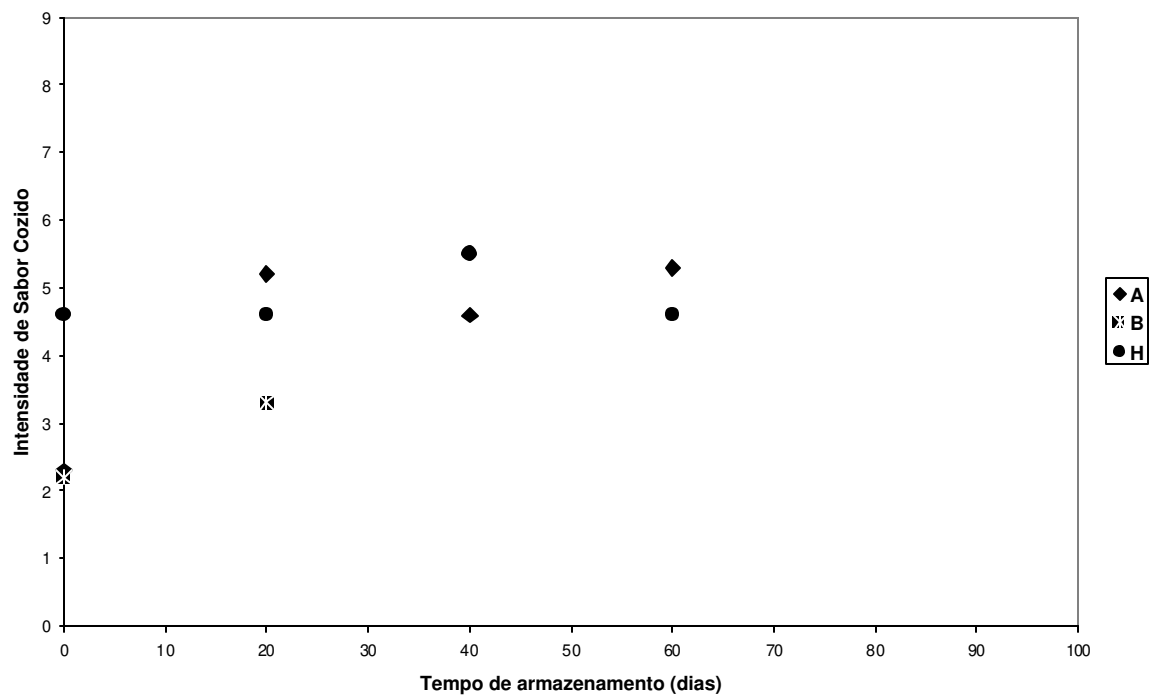


FIGURA 56. Médias de intensidade de **sabor cozido** obtidas para as amostras **A**, **B** e **H** ao longo do armazenamento.

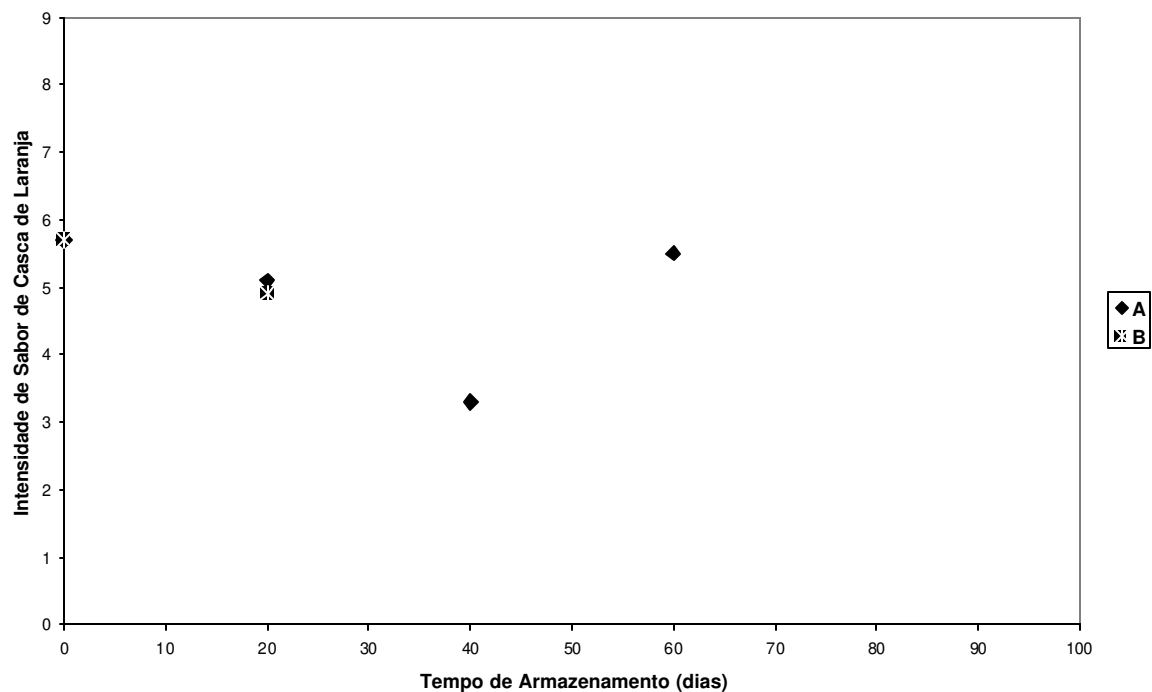


FIGURA 57. Médias de intensidade de **sabor de casca de laranja** obtidas para as amostras **A** e **B** ao longo do armazenamento.

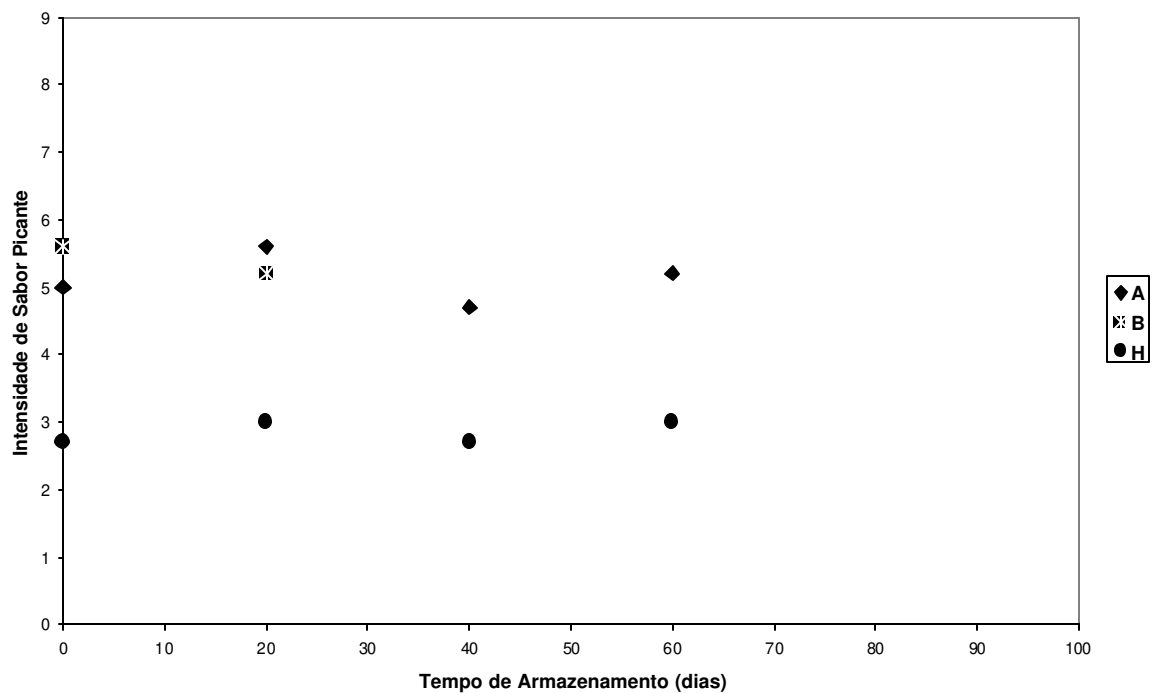


FIGURA 58. Médias de intensidade de **sabor picante** obtidas para as amostras **A**, **B** e **H** ao longo do armazenamento.

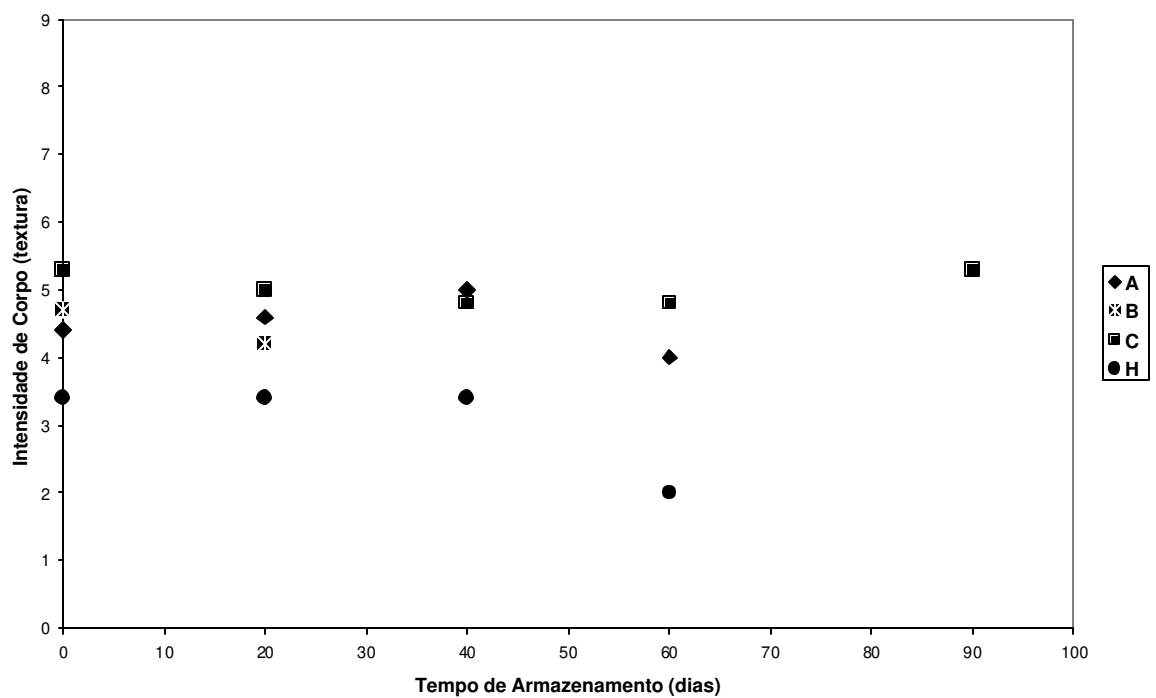


FIGURA 59. Médias de intensidade de **corpo** (textura) obtidas para as amostras **A**, **B**, **C** e **H** ao longo do armazenamento.

Correlações positivas menores foram encontradas também entre o atributo *residual amargo* e os atributos *escurecimento* e sabor de *suco velho*. Uma vez que ocorreu aumento das intensidades de escurecimento e de sabor suco velho durante o armazenamento, essas correlações, mesmo que pequenas, confirmam a tendência de aumento da intensidade de residual amargo observada através da análise do gráfico da Figura 54.

A Tabela 16 mostra também a ocorrência de altas correlações positivas ($p \leq 0,05$) entre o atributo *picante* e os atributos aroma *ácido*, aroma e sabor de *casca de laranja* e sabor de *suco natural* e entre o atributo aroma de *casca de laranja* e aroma *ácido* e sabor de *suco natural*. Houve também correlações positivas menores, entre o atributo sabor de *casca de laranja* e os atributos aromas *ácido* e de *casca de laranja* e sabor de *suco natural* e entre os atributos aroma *ácido* e sabor de *suco natural*. Com exceção de aroma *ácido*, esses são atributos diretamente associados à laranja ou ao seu suco que, conforme discussão anterior sobre os perfis sensoriais dos sucos, têm suas intensidades reduzidas durante o armazenamento da bebida, portanto, é esperado que esses atributos estejam correlacionados entre si. Adicionalmente, os coeficientes de correlação de Pearson sugerem que a percepção sensorial provocada por componentes da casca – aroma de casca de laranja e sabor picante – está altamente associada à sensação de pungência (aroma *ácido*). Observa-se também que a correlação entre aroma e sabor de casca de laranja não é alta. Ao verificar a análise de regressão desses atributos, observa-se que a taxa de redução da intensidade do sabor é ligeiramente maior que aquela observada para o aroma de casca de laranja, sugerindo que a percepção desse sabor pode estar sendo mascarada por outro no decorrer do período de armazenamento.

TABELA 16. Coeficientes de correlação de Pearson (r) entre as médias dos atributos sensoriais descritivos das formulações de suco de laranja pronto para beber (A, B, C, D e H). (p: nível de significância; ns: correlação não significativa, a $p \leq 0,05$.)

Atributo Sensorial	Coeficiente de Correlação de Pearson / (p)															
	APARÊNCIA		AROMA					GOSTO			SABOR					TEXT.
	Esc	Visc	Adoc	Acoz	Aaci	Acas	Asvel	Gdoc	Gacid	Amar	Snat	Scoz	Scas	Svel	Pic	Corpo
APARÊNCIA																
Escurecimento (Esc)	1	-0,25 (ns)	-0,14 (ns)	0,70 0,0023	-0,55 0,0257	-0,56 0,0221	0,86 <0,0001	-0,48 (ns)	0,03 (ns)	0,59 0,0156	-0,79 0,0002	0,79 0,0003	-0,68 0,0040	0,91 <0,0001	-0,74 0,0009	-0,14 (ns)
Viscosidade (Visc)		1	0,28 (ns)	-0,34 (ns)	0,13 (ns)	0,02 (ns)	-0,25 (ns)	0,07 (ns)	-0,16 (ns)	0,07 (ns)	0,15 (ns)	-0,35 (ns)	0,38 (ns)	-0,23 (ns)	0,29 (ns)	-0,29 (ns)
AROMA																
Doce (Adoc)			1	-0,32 (ns)	0,33 (ns)	0,46 (ns)	-0,27 (ns)	-0,15 (ns)	0,20 (ns)	0,18 (ns)	0,33 (ns)	-0,38 (ns)	0,25 (ns)	-0,32 (ns)	0,17 (ns)	-0,01 (ns)
Cozido (Acoz)				1	-0,69 0,0033	-0,83 <0,0001	0,90 <0,0001	-0,30 (ns)	-0,15 (ns)	0,39 (ns)	-0,82 0,0001	0,93 <0,0001	-0,67 0,0045	0,85 <0,0001	-0,71 0,0019	-0,30 (ns)
Ácido (Aaci)					1	0,80 0,0002	-0,63 0,0094	0,35 (ns)	0,35 (ns)	-0,22 (ns)	0,69 0,0028	-0,65 0,0068	0,62 0,0104	-0,64 0,0075	0,74 0,0011	0,37 (ns)
Casca de Laranja (Acas)						1	-0,77 0,0005	0,05 (ns)	0,33 (ns)	-0,30 (ns)	0,76 0,0007	-0,76 0,0006	0,62 0,0099	-0,76 0,0075	0,71 0,0019	0,45 (ns)
Suco Velho (Asvel)							1	-0,37 (ns)	-0,12 (ns)	0,61 0,0118	-0,93 <0,0001	0,91 <0,0001	-0,67 0,0047	0,97 <0,0001	-0,69 0,0032	-0,24 (ns)
GOSTO																
Doce (Gdoc)								1	0,16 (ns)	-0,37 (ns)	0,47 (ns)	-0,31 (ns)	0,26 (ns)	-0,38 (ns)	0,26 (ns)	0,10 (ns)
Ácido (Gacid)									1	0,28 (ns)	0,31 (ns)	-0,10 (ns)	0,40 (ns)	-0,10 (ns)	0,24 (ns)	0,22 (ns)
Residual Amargo(Amar)										1	-0,52 0,0397	0,43 (ns)	-0,22 (ns)	0,58 0,0173	-0,25 (ns)	0,10 (ns)
SABOR																
Suco Natural (Snat)											1	-0,85 <0,0001	0,68 0,0035	-0,92 <0,0001	0,72 0,0015	0,34 (ns)
Cozido (Scoz)												1	-0,74 0,0009	0,92 <0,0001	-0,71 0,0020	-0,30 (ns)
Casca de Laranja (Scas)													1	-0,70 0,0023	0,83 <0,0001	0,14 (ns)
Suco Velho (Svel)														1	-0,71 0,020	-0,31 (ns)
Picante (Pic)															1	0,34 (ns)

De um modo geral, correlações negativas foram observadas entre aqueles atributos associados à perda de qualidade do suco de laranja - *escurecimento*, *residual amargo*, aromas e sabores *cozido* e de *suco velho* - e os atributos associados à laranja e ao seu suco – aroma *ácido*, aroma e sabor de *casca de laranja* e sabores de *suco natural* e *picante*, confirmando os resultados observados na avaliação dos perfis sensoriais das amostras através da Análise de Componentes Principais.

Os atributos *viscosidade*, aroma e gosto *doce*, gosto *ácido* e *corpo* não apresentaram correlação significativa ($p \leq 0,05$) com nenhum dos atributos avaliados. Conforme anteriormente observado ao se realizar a análise de regressão, alguns desses atributos não apresentaram variação durante o armazenamento dos sucos ou alguma tendência clara ou comum a todas às amostras.

Com a finalidade de se avaliar a correlação entre o perfil sensorial e os resultados obtidos nas avaliações hedônicas, foram calculados os coeficientes de correlação de Pearson apresentados na Tabela 17. Nessa tabela, os coeficientes de correlação em negrito são aqueles que se apresentaram significativos a $p \leq 0,05$.

Assim, a Tabela 17 revela a existência de correlação positiva, a $p \leq 0,05$, dos atributos hedônicos avaliados com apenas dois atributos sensoriais descritivos, os quais são aroma de *casca de laranja* e sabor de *suco natural*. Esse resultado indica que esses atributos foram aqueles que efetivamente contribuíram para a boa aceitação do suco pelos consumidores. De fato, através das Figuras 30 e 41 a 44 e das Tabelas 9, 12 e 13, verifica-se que as formulações C e D, que obtiveram maiores médias de aceitação pelos consumidores e maiores estabilidades sensoriais, apresentaram maiores intensidades desses atributos durante todo o período de armazenamento, mesmo que não tenham sido sempre

discriminadas significativamente ($p \leq 0,05$) das demais amostras avaliadas ou de suas amostras controle nesse atributo sensorial.

TABELA 17. Coeficientes de correlação de Pearson (r) e respectivos níveis de significância (*em itálico*) entre as médias dos atributos sensoriais hedônicos e descritivos das formulações de suco de laranja pronto para beber (A, B, C, D e H; n = consumidores).

Atributo Sensorial	Coeficiente de Correlação de Pearson / (p)		
	Aceitação Global	Aceitação - Aroma	Aceitação - Sabor
APARÊNCIA			
Escurecimento	- 0,72 (0,0015)	- 0,72 (0,0017)	- 0,75 (0,0008)
Viscosidade	- 0,06 (ns)	- 0,01 (ns)	- 0,05 (ns)
AROMA			
Doce	0,29 (ns)	0,37 (ns)	0,28 (ns)
Cozido	- 0,57 (0,0216)	- 0,45 (ns)	- 0,54 (0,0317)
Ácido (Pungência)	0,35 (ns)	0,38 (ns)	0,35 (ns)
Casca de Laranja	0,52 (0,0373)	0,55 (0,0281)	0,49 (ns)
Suco Velho	- 0,75 (0,0008)	- 0,66 (0,0051)	- 0,73 (0,0014)
GOSTO			
Doce	0,26 (ns)	0,16 (ns)	0,32 (ns)
Ácido	- 0,009 (ns)	- 0,04 (ns)	- 0,02 (ns)
Residual Amargo	- 0,42 (ns)	- 0,37 (ns)	- 0,41 (ns)
SABOR			
Suco Natural	0,69 (0,0031)	0,64 (0,0073)	0,68 (0,0036)
Cozido	- 0,64 (0,0080)	- 0,55 (0,0276)	- 0,61 (0,0119)
Casca de Laranja	0,38 (ns)	0,42 (ns)	0,39 (ns)
Suco Velho	- 0,77 (0,0005)	- 0,74 (0,0011)	- 0,76 (0,0007)
Picante	0,23 (ns)	0,29 (ns)	0,22 (ns)
TEXTURA			
Corpo	0,44 (ns)	0,54 (0,0303)	0,46 (ns)

p: nível de significância; ns: correlação não significativa, a $p \leq 0,05$.

Mesmo que, neste estudo, a aparência dos sucos não tenha sido avaliada pelos consumidores, correlações entre os atributos *escurecimento* e *viscosidade* e a aceitação das amostras foram investigadas devido à existência de referência na literatura (RASSIS e SAGUY, 1995) a compostos considerados, simultaneamente, causadores de *off-flavor* em suco de laranja e precursores de pigmentos marrons formados no fenômeno do escurecimento não enzimático, quais sejam furfural e HMF (5-hidroximetilfurfural). De fato, assim como o atributo *escurecimento* está altamente correlacionado com os atributos de aroma e sabor associados à perda de qualidade do suco de laranja – aroma e sabor de *cozido* e *de suco velho* -, esse atributo apresentou também alta correlação com a aceitação das amostras, porém contribuindo para a diminuição da mesma (Tabela 17). O mesmo comportamento foi observado para os atributos aroma e sabor de *suco velho*. Correlações negativas menores foram observadas entre a aceitação dos sucos e os atributos aroma e sabor *cozido*, bem como entre a aceitação do aroma e o atributo aroma de *suco velho*.

4.3.3. Análises Físico-químicas

A Tabela 18 apresenta as médias e os desvios padrões dos resultados das análises do teor de ácido ascórbico (vitamina C) e do índice de escurecimento, realizadas ao longo do período de armazenamento (0, 20, 40, 60 e 90 dias) nas formulações de suco de laranja pronto para beber (A, B, C e D). Nessa tabela, são informadas também as porcentagens de retenção de vitamina C a partir de 20 dias de armazenamento, sendo que aquelas apresentadas em negrito correspondem às porcentagens de retenção observadas no tempo final de estabilidade sensorial de cada formulação, o qual foi estabelecido com base nos resultados dos testes de aceitação (item 4.3.1).

TABELA 18. Médias e desvios padrões (DP) do teor de ácido ascórbico e índice de escurecimento (*browning*) das formulações de suco de laranja pronto para beber.

Formulação	Tempo de Armazenamento (dias)				
	0	20	40	60	90
Ácido Ascórbico (mg/100mL) / (% Retenção)					
A1	46,32 ± 0,77	38,67 ± 3,55 (83,5%)	41,03 ± 3,88 (88,6%)	26,58 ± 1,19 (57,4%)	*
A2	47,08 ± 0,10	41,25 ± 0,08 (87,6%)	40,07 ± 1,47 (85,1%)	26,24 ± 1,44 (55,7%)	*
A3	45,12 ± 0,72	35,94 ± 1,50 (79,7%)	38,14 ± 1,11 (84,5%)	24,32 ± 0,47 (53,9%)	*
B	46,54 ± 2,17	33,97 ± 2,42 (73,0%)	*	---	---
C	47,49 ± 1,43	37,18 ± 0,55 (78,3%)	35,58 ± 0,96 (79,9%)	26,78 ± 1,44 (56,4%)	23,41 ± 0,24 (49,3%)
D	44,34 ± 0,00	34,84 ± 0,67 (78,6%)	35,58 ± 0,96 (80,2%)	24,45 ± 0,47 (55,1%)	21,28 ± 1,46 (47,9%)
Índice de Escurecimento					
A1	0,1440 ± 0,0084	0,1646 ± 0,0072	0,1976 ± 0,0072	0,2296 ± 0,0084	*
A2	0,1475 ± 0,0118	0,1602 ± 0,0072	0,1948 ± 0,0038	0,2368 ± 0,0047	*
A3	0,1486 ± 0,0047	0,1467 ± 0,0130	0,1863 ± 0,0071	0,2374 ± 0,0035	*
B	0,1505 ± 0,0043	0,1862 ± 0,0016	*	---	---
C	0,1568 ± 0,0038	0,1653 ± 0,0075	0,1948 ± 0,0062	0,2191 ± 0,0045	0,2664 ± 0,0042
D	0,1469 ± 0,0068	0,1694 ± 0,0016	0,1941 ± 0,0044	0,2536 ± 0,0109	0,2618 ± 0,0155

*amostra eliminada dos testes por ter atingido média de aceitação igual ou inferior a 5, no período anterior, em pelo menos um atributo hedônico avaliado.

Observa-se, para todas as formulações, queda dos teores de vitamina C (ácido ascórbico) ao longo do período de armazenamento. Esses dados geraram regressões lineares significativas ($p \leq 0,05$) para o lote 2 da formulação A e para as formulações C e D. As taxas de perda da vitamina C nessas três formulações mostraram-se similares (Figura 60)

A ocorrência de escurecimento durante o armazenamento de todas as formulações de suco de laranja elaboradas neste estudo (A, B, C e D), também

observado por análise visual, é confirmada através do aumento do índice de escurecimento (Tabela 18). De fato, a análise de regressão desses resultados revelou tendência de aumento do índice de escurecimento significativa ($p \leq 0,05$) para todas as formulações, em taxas muito similares em todas as formulações (Figura 61).

A queda no teor de vitamina C e o escurecimento do suco de laranja (Tabela 18, Figuras 60 e 61) eram esperados que ocorressem, uma vez que a literatura técnica (FENNEMA, 1996; KEFFORD *et al*, 1959) enfatiza o efeito catalisador da temperatura, da incidência de luz e da passagem de oxigênio através da garrafa PET na degradação dessa vitamina, mesmo em condições anaeróbicas, resultando na síntese de compostos de cor caramelo, sobretudo em vários tipos de suco de laranja (LEE e CHEN, 1998; SOLOMON *et al*, 1995; KENNEDY *et al*, 1992). No entanto, observa-se que essas alterações ocorreram em grau ligeiramente menor nas formulações adicionadas de aroma contendo frações provenientes do **óleo essencial** - amostras A, C e D – em oposição à formulação contendo aroma proveniente exclusivamente da **essência oleosa** (B), a qual sofreu escurecimento e perda de vitamina C excessivos após 20 dias de armazenamento. Esses resultados sugerem que os tocoferóis, presentes no óleo essencial, podem de fato ter agido como antioxidantes, ação atribuída a esses compostos por vários autores (FENNEMA, 1996; BETTINI, 1995; REDD e HENDRIX JR., 1993). Assim, a reincorporação ao suco de voláteis provenientes do óleo essencial é importante não somente do ponto de vista da estabilidade sensorial, como também nutricional do produto.

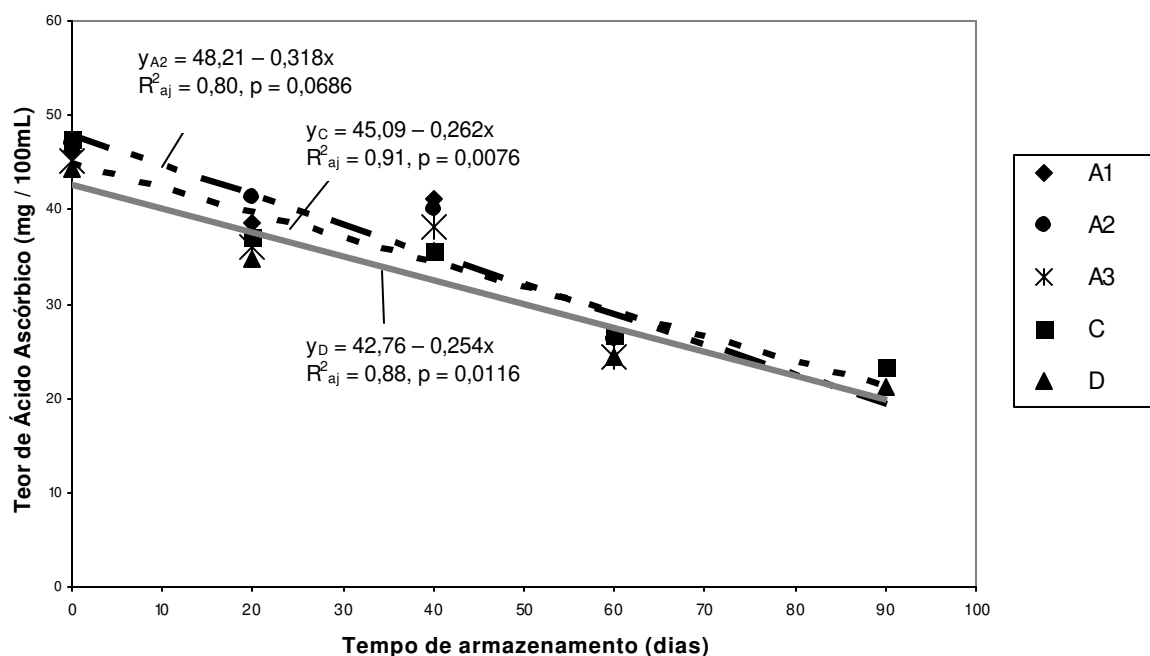


FIGURA 60. Regressão linear associada à perda de ácido ascórbico das formulações de suco de laranja pronto para beber em função do tempo de armazenamento.

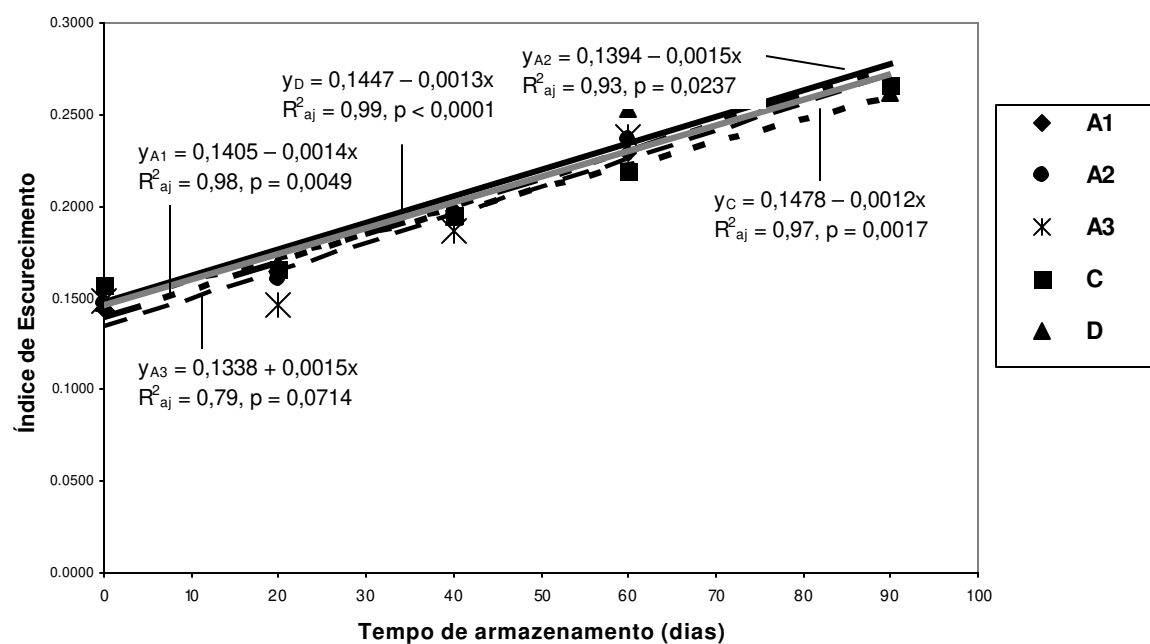


FIGURA 61. Regressão linear associada ao aumento do índice de escurecimento das formulações de suco de laranja pronto para beber em função do tempo de armazenamento.

Por ser de interesse particular das indústrias cítricas brasileiras, que adotam o padrão de qualidade e metodologia de determinação de cor similares aos estabelecidos pelo USDA – *United State Drug Administration* (REDD *et al*, 1986), o Anexo 3 apresenta o *score* cor das formulações elaboradas neste estudo. Durante todo o período de armazenamento, todas as formulações de suco de laranja apresentaram aumento do “score” cor (Anexo 3), mantendo-se, contudo, conforme o padrão de qualidade dessa entidade para suco de laranja proveniente de suco concentrado – “score” cor entre 36,00 e 40,00 (REDD *et al*, 1986). Portanto, mesmo ocorrendo aumento da coloração, ao final do período de estudo, as formulações ainda encontravam-se de acordo com a especificação de produto normalmente adotada pelas indústrias cítricas brasileiras.

Reprodutibilidade do Processamento

Conforme relatado anteriormente, o processamento e envase asséptico das formulações de suco de laranja pronto para beber em garrafas PET apresentou boa reprodutibilidade sob o aspecto sensorial, uma vez que diferença significativa ($p \leq 0,05$) entre os três lotes da formulação A (A1, A2 e A3) não foi detectada, através do teste de diferença do controle. Visando avaliar a reprodutibilidade do processamento com relação às análises físico-químicas, foram calculados a média, o desvio padrão e o coeficiente de variação entre os resultados dos teores de ácido ascórbico e dos índices de escurecimento obtidos para os três lotes dessa formulação durante todo o período de armazenamento, os quais estão apresentados na Tabela 19. Observa-se coeficientes de variação inferiores a 10%, indicando boa reprodutibilidade também com relação a esses parâmetros.

TABELA 19. Médias, desvios padrão (DP) e coeficientes de variação (CV) entre os teores de ácido ascórbico e os índices de escurecimento (*browning*) dos três lotes da formulação A de suco de laranja pronto para beber.

A1 + A2 + A3	Tempo de Armazenamento (dias)			
	0	20	40	60
Ácido Ascórbico (mg/100mL)				
Média	46,17	38,62	39,74	25,71
DP	1,01	3,00	2,50	1,43
CV (%)	2,18	7,76	6,29	5,57
Índice de Escurecimento				
Média	0,1467	0,1562	0,1928	0,2346
DP	0,0079	0,0116	0,0074	0,0063
CV (%)	5,37	7,45	3,82	2,70

Correlação entre as Análises Físico-químicas e o Perfil Sensorial das Formulações Suco de Laranja Pronto para Beber

A Tabela 20 apresenta os coeficientes de correlação de Pearson entre os teores de ácido ascórbico (vitamina C) e índices de escurecimento e entre essas duas variáveis e as médias dos atributos sensoriais descritivos.

Os coeficientes de Pearson (r) indicam que houve alta correlação positiva ($\geq 0,70$), a $p \leq 0,05$, entre os índices de escurecimento e aqueles atributos associados à perda de qualidade sensorial do suco durante o armazenamento, quais sejam: *escurecimento* ($r = 0,96$, $p < 0,0001$), aromas e sabores *cozido* ($r = 0,70$ e $0,80$, $p \leq 0,05$) e de *suco velho* ($r = 81$ e $r = 87$, $p \leq 0,05$). Por outro lado, observa-se alta correlação negativa, a $p \leq 0,05$, entre esses atributos sensoriais e os teores de vitamina C.

A Tabela 20 mostra também altas correlações positivas entre os teores de vitamina C e os sabores de *suco natural* e *picante* ($r = 0,80$ e $r = 0,73$, $p \leq 0,05$), como também correlações inferiores entre a concentração dessa vitamina no suco e os atributos aroma e sabor de casca de laranja. Esse resultado sugere a importância do ácido ascórbico como um parâmetro objetivo de avaliação da qualidade sensorial do suco de laranja durante o armazenamento.

TABELA 20. Coeficientes de correlação de Pearson (r) entre os resultados das análises físico-químicas e entre estes e os atributos sensoriais descritivos das formulações de suco de laranja pronto para beber.

Atributo Sensorial	Coeficiente de Correlação de Pearson / (p)	
	Ácido Ascórbico	Índice de Escurecimento
<i>Análises Físico-químicas</i>		
Ácido Ascórbico	1	- 0,94 (< 0,0001)
<i>Atributos Sensoriais Descritivos</i>		
APARÊNCIA		
Escurecimento	- 0,92 (< 0,0001)	0,96 (< 0,0001)
Viscosidade	0,19 (ns)	0,30 (ns)
AROMA		
Doce	0,07 (ns)	0,16 (ns)
Cozido	- 0,80 (0,0002)	0,70 (0,0024)
Ácido (Pungência)	0,46 (ns)	0,48 (ns)
Casca de Laranja	0,59 (0,0152)	- 0,50 (0,0475)
Suco Velho	- 0,88 (< 0,0001)	0,81 (0,0001)
GOSTO		
Doce	0,39 (ns)	- 0,48 (ns)
Ácido	- 0,02 (ns)	0,02 (ns)
Residual Amargo	- 0,51 (0,0420)	0,44 (ns)
SABOR		
Suco Natural	0,80 (0,0002)	- 0,74 (0,0009)
Cozido	- 0,82 (< 0,0001)	0,80 (0,0002)
Casca de Laranja	0,58 (0,0178)	- 0,65 (0,0062)
Suco Velho	- 0,88 (< 0,0001)	0,87 (< 0,0001)
Picante	0,73 (0,0015)	- 0,72 (0,0016)
TEXTURA		
Corpo	0,28 (ns)	- 0,18 (ns)

p: nível de significância; ns: correlação não significativa, a $p \leq 0,05$.

As correlações acima mencionadas estão em concordância aos resultados obtidos em vários trabalhos que associam a degradação da vitamina C em suco de laranja, em determinadas condições de armazenamento, com a formação de substâncias diretamente responsáveis por alterações sensoriais ou, indiretamente,

como precursores das mesmas, como os compostos furfural e HMF (5-hidroximetil furfural) (HERERT et al, 1933; LAMDEN e HARRIS, 1950; HUELIN, 1953 e TATUM et al, 1967 e 1969, citados por NAGY e DINSMORE, 1974; FORS, 1983, citado por LEE e NAGY, 1988; LEE e NAGY, 1988; NAGY, 1980; NAGY e DINSMORE, 1974; NAGY e RANDALL, 1973; DINSMORE e NAGY, 1972). Adicionalmente, essas substâncias são também citadas como precursores do desenvolvimento de pigmentos marrons no suco de laranja (RASSIS e SAGUY, 1995), o que explica a alta correlação negativa entre os teores de vitamina C e os resultados de índice de escurecimento observada nesta pesquisa (Tabela 20).

Assim, com base nos resultados obtidos na avaliação do impacto dos aromas cítricos naturais (I, II, III e IV) sobre a estabilidade sensorial do suco pronto para beber (*ready-to-drink*) durante o armazenamento da bebida, o Aroma III foi selecionado para ser avaliado na etapa seguinte deste trabalho, a qual consistiu na identificação dos compostos voláteis odoríferos presentes no mesmo. A escolha desse aroma ocorreu em função de sua estabilidade sensorial ter se apresentado similar à do mais estável, o Aroma IV, e por possuir composição menos complexa do que este último aroma, uma vez que possui apenas compostos lipossolúveis, enquanto o Aroma IV contém também, em proporções minoritárias, compostos hidrossolúveis provenientes da essência aquosa.

4.3.4. Avaliação da Aparência das Formulações de Suco de Laranja Pronto para Beber

No dia seguinte ao processamento e envase de cada formulação elaborada neste estudo, foi observada a ocorrência de separação de fases, formando-se um depósito ao fundo das garrafas PET com aspecto de uma fina camada de gel. Verificou-se o espessamento gradual dessa camada durante o armazenamento, a qual era facilmente desfeita com a agitação do suco na garrafa, retornando a aparência do mesmo ao seu aspecto turvo normal. As Figuras 62 a 65 apresentam fotos dos sucos envasados nas garrafas PET, contrapondo amostras do tempo inicial de armazenamento, homogeneizadas através de agitação manual, com

amostras referentes aos tempos subseqüentes de armazenamento, sem agitação, na tentativa de ilustrar o fenômeno mencionado, como também o escurecimento do suco.



FIGURA 62. Formulações **A**, **B**, **C** e **D** de suco de laranja pronto para beber envasadas em garrafas PET, no início e aos **20** dias de armazenamento.



FIGURA 63. Formulações **A**, **C** e **D** de suco de laranja pronto para beber envasadas em garrafas PET, no início e aos **40** dias de armazenamento.

Dentre as possíveis causas responsáveis por essa ocorrência, aquela relacionada ao desenvolvimento microbiano foi descartada, em função de os teste microbiológicos de monitoramento do produto confirmaram a sanidade do material.

Desta forma, é provável que o depósito formado tenha sido causado pela desestabilização da pectina do suco. Segundo KIMBALL (1999), o suco de laranja é naturalmente opaco e de cor amarela, pois na etapa de extração do suco, inicialmente límpido no interior dos vacúolos, ocorre o rompimento destes e a conseqüente liberação de compostos de alto peso molecular, como a pectina e pedaços de membrana (polpa fina) que ficam em suspensão. Assim, forma-se um sistema coloidal responsável pela turvação do suco. Normalmente, essa suspensão coloidal é composta por aproximadamente 30% de proteínas, 20% de hesperidina, 15% de celulose e hemicelulose, 5% de pectina e 30% de outras substâncias desconhecidas. A pectina é um complexo de alto peso molecular (100.000 a 200.000) constituído de 150 a 1500 unidades de ácido galacturônico ligados via ligações glicosídicas α (1 $\rightarrow$ 4), com cadeias laterais de arabinose, galactanas ou xilose (FENNEMA, 1996). Muitos dos grupos carboxílicos são esterificados com metanol formando grupos metoxilas. Cerca de 60% da pectina presente na suspensão coloidal do suco de laranja está associada a proteínas insolúveis, 25 a 30% está na forma de pectato de cálcio e 15%, como protopectina. Dentre os mecanismos responsáveis pela perda de turvação no suco de laranja integral, o mais comum ocorre em presença de ácido galacturônico, em quantidade suficiente na sua forma hidroxilada, o qual se liga a cátions divalentes, como o cálcio, formando pectato de cálcio, que se precipita no suco de laranja integral e provoca geleificação no suco concentrado. Segundo KIMBALL (1999), esse precipitado parece envolver ou afetar outros componentes responsáveis pela turvação do suco integral, resultando na perda total da mesma. Desta forma, provavelmente tenha ocorrido a reação acima descrita, associada à desestabilização da pectina dos sucos de laranja elaborados no presente estudo, que resultou na precipitação das substâncias do sistema coloidal da bebida.



FIGURA 64. Formulações **A**, **C** e **D** de suco de laranja pronto para beber envasadas em garrafas PET, no início e aos **60** dias de armazenamento.



FIGURA 65. Formulações **C** e **D** de suco de laranja pronto para beber envasadas em garrafas PET, no início e aos **90** dias de armazenamento.

Esterilidade Comercial

Após 10 dias de incubação das 300 garrafas de suco de laranja pronto para beber de um dos lotes da formulação A, a 35°C, não ocorreu sinais de alteração, sobretudo do pH do suco, nem de estufamento em nenhuma amostra. Através de exame microscópico do produto, foram observados a presença de cocos escassos e bastonetes Gram +, os quais não se desenvolveram após inoculação e incubação da amostra em meios PCA e BHI, a 35°C por 48 horas, demonstrando sua não viabilidade. Foi observada instabilidade química ou bioquímica.

4.4. Identificação de Compostos Voláteis Odoríferos Presentes no Aroma III

O cromatograma dos compostos voláteis presentes no Aroma III e o correspondente aromagrama consensual obtido por CG-Osme estão apresentados na Figura 66. Por sua vez, a Tabela 21 apresenta os descritores associados a cada pico odorífero do aromagrama (Figura 66A), bem como fornece informações complementares para melhor subsidiar a avaliação da importância odorífera dos voláteis presentes no aroma III. Finalmente, a Tabela 22 apresenta a identificação dos voláteis de importância odorífera para o aroma III.

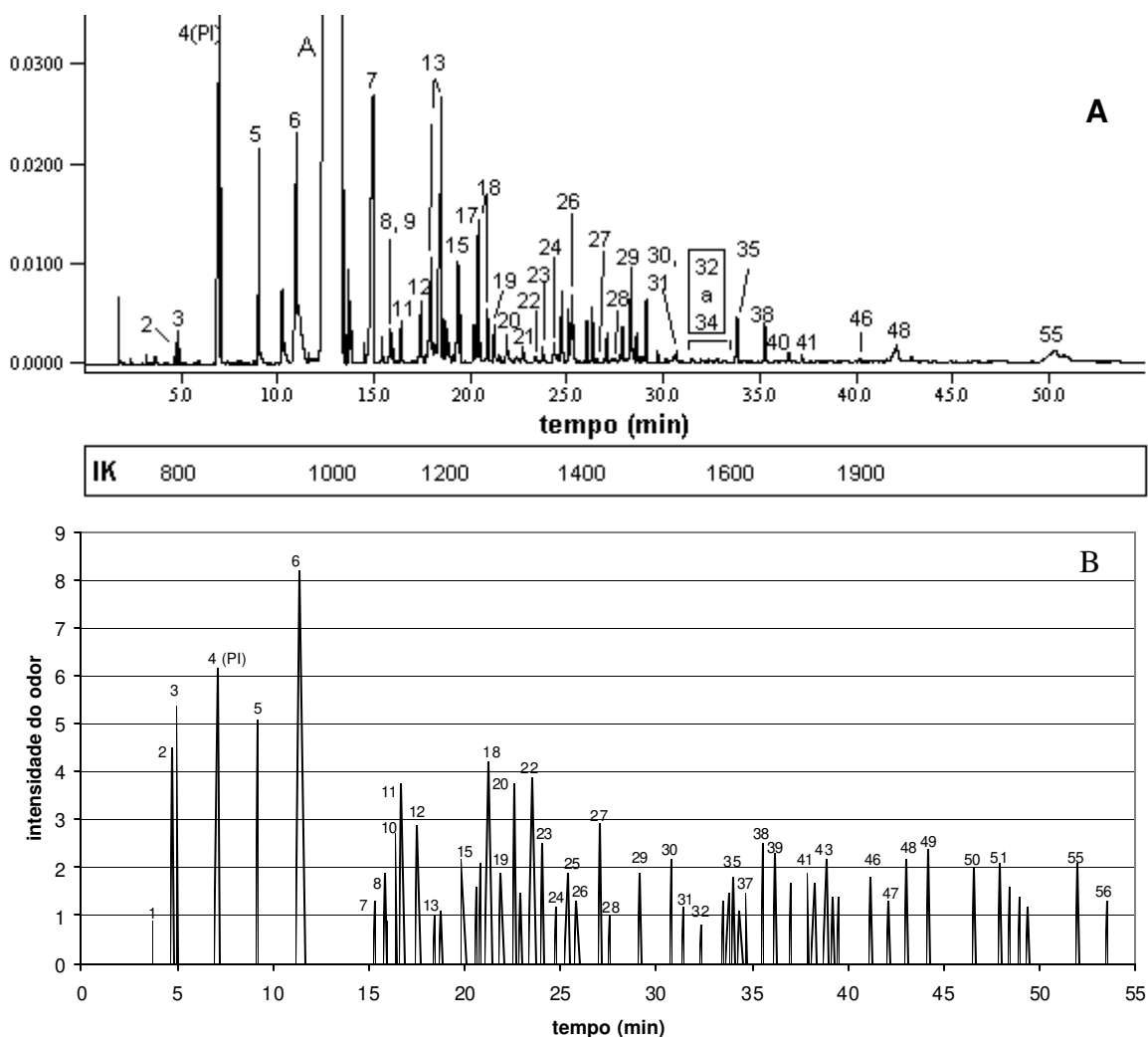


FIGURA 66. Cromatograma (A) e aromagrama (B) do efluente cromatográfico do Aroma III. Pico A: limoneno; PI: padrão interno.

TABELA 21. Picos odoríferos percebidos no efluente cromatográfico do aroma III e respectivos índices de Kováts, descrição da qualidade do odor percebido, intensidade e porcentagem de área no aromagrama e no cromatograma.

Pico	IK DIC	IK OSME	Descrição do Odor	I _{MAX} (cm)	% Área OSME ¹	% Área DIC
1	<900	<900	Floral, doce, laranja	0,9	0,22	tr
2	<900	<900	Cidreira, verde, grama, folha cidreira esmagada, chá, doce	4,5	2,05	tr
3	<900	<900	Tuti-fruti, frutal, doce, floral, suco laranja	5,0	1,79	tr
4(PI)	<900	<900	Banana, esmalte, doce, tuti-fruti	6,2	---	---
5	931	931	Mato, chá, erva-doce, frutal, cítrico, laranja	5,0	2,57	0,60
6	983	990	Eucalipto, cidreira, cidreira esmagada, melissa, laranja, suco laranja em pó	8,2	12,54	0,98
7	1095	1098	Frescor, cidra, cidreira, verde	1,3	0,37	1,85
8	1119	1114	Pinho, maria-fedida (1 - inseto), sumo de laranja	1,9	0,78	0,15
9	1124	1118	Laranja, tangerina, agradável, doce	0,9	0,26	tr
10	1129	1131	Cítrico, casca laranja, laranja, floral	2,7	1,57	tr
11	1136	1139	Sauna seca, laranja, cítrico, casca laranja, cítrico oxidado (1), verde, albedo	3,8	2,99	0,16
12	1165	1162	Laranja, cítrico, casca + folha de laranja, sauna seca	2,9	2,48	0,35
13	1182	1185	Eucalipto, camomila, chá, doce	1,0	0,31	0,74
	1193					1,76
14	1194	1193	Hortelã, pomelo, chá, doce	1,1	0,70	0,12
15	1218	1225	Maria-fedida (2 - inseto), amêndoa (1), laranja, floral, doce	2,2	4,67	0,62
	1221					0,29
16	1243	1247	Verde, frutal, floral, doce, shampoo	1,6	0,71	0,16
17	1250	1254	Sauna seca, cítrico, cítrico doce, floral, shampoo	2,1	1,02	0,90
18	1250	1267	Cítrico, laranja, sauna, fruta oxidada (3), óleo de girassol (1), amêndoa (1)	4,2	7,23	0,90
	1263					0,25

TABELA 21. (continuação) Picos odoríferos percebidos no efluente cromatográfico do aroma III e respectivos índices de Kováts, descrição da qualidade do odor percebido, intensidade e porcentagem de área no aromagrama e no cromatograma.

19	1274	1284	Cítrico, eucalipto, cidreira, cozido (1)	1,9	2,80	0,15
20	1289	1303	Verde cítrico, cítrico, laranja, cidreira, fruta cozida (1)	3,8	2,70	0,10
21	1309	1314	Casca laranja, casca limão, laranja, tostado (1)	1,5	1,70	0,18
	1317					0,11
22	1336	1333	Casca laranja, laranja	3,9	5,21	tr
23	1345	1348	Cítrico, casca laranja, tangerina, frutal, verde, chá hortelã	2,5	1,64	tr
24	1363	1370	Verde, grama, casca laranja, cítrico, laranja	1,2	0,29	0,11
25	1375	1387	Laranja, cidreira, pêssego	1,9	1,79	tr
	1382					0,30
26	1390	1401	Laranja, folha cidreira esmagada	1,3	1,20	0,33
27	1431	1441	Laranja, cítrico, frutal, folha cidreira esmagada, cidreira, gás de cozinha (1)	2,9	2,23	tr
28	1455	1456	Laranja, cidreira, tostado (1)	1,0	0,72	tr
29	1487	1505	Laranja, cítrico, cidreira, perfume	1,9	1,63	0,44
30	1546	1561	Laranja, pêssego, floral, doce, cidreira, shampoo	2,2	1,11	tr
31	1567	1583	Frutal, doce cítrico, bagaço de laranja, eucalipto, chá	1,2	0,42	tr
32	1610	1615	Laranja, limão, frutal, floral	0,8	0,23	tr
33	1638	1654	Laranja, cítrico, floral, doce	1,3	0,71	tr
34	1651	1665	Casca laranja, cidreira, pêssego, floral	1,4	0,82	tr
35	1675	1674	Laranja, casca laranja, cidreira, maria-fedida (1 - inseto)	1,8	1,33	0,18
36	ND	1685	Cidreira, frescor, amêndoa (1), fedido (1), fruta oxidada	1,1	0,95	ND
37	ND	1697	Laranja, casca laranja, cítrico, bagaço de laranja	1,5	0,49	ND
38	1727	1724	Laranja, casca laranja, cidreira, chá cidreira, fedido (1)	2,5	1,72	0,14
39	ND	1752	Laranja, cítrico, cítrico doce, laranja doce, cidreira verde	2,3	1,27	ND

TABELA 21. (continuação) Picos odoríferos percebidos no efluente cromatográfico do aroma III e respectivos índices de Kováts, descrição da qualidade do odor percebido, intensidade e porcentagem de área no aromagrama e no cromatograma.

40	1774	1780	Laranja, suco laranja reconstituído, cítrico, cidreira	1,7	1,39	tr
41	1798	1813	Laranja, bagaço de laranja, melissa	1,9	1,52	tr
42	ND	1824	Cítrico, verde, chá doce, cidreira verde/capim cidreira	1,7	1,73	ND
43	ND	1845	Laranja, cidreira +cítrico	2,2	2,54	ND
44	ND	1857	Laranja, eucalipto, melissa, cidreira	1,4	0,72	ND
45	ND	1866	Frutal, verde, cidreira, cidreira + cítrico, ardido (1)	1,4	1,20	ND
46	1899	1922	Laranja, cítrico, cidreira + limão, doce	1,8	1,26	ND
47	1942	1951	Casca de laranja, bagaço de laranja, eucalipto, perfume	1,3	0,62	tr
48	1968	1978	Laranja, laranjada, cidreira, hortelã, ardido (1)	2,2	1,87	0,26
49	1981	2014	Laranja, suco de laranja reconstituído, cidreira, doce	2,4	2,40	tr
50	ND	2084	Laranja, suco laranja, laranja artificial, frescor	2,0	2,47	ND
51	ND	2120	Laranja, lima, cítrico + cidreira	2,1	2,09	ND
52	ND	2133	Cítrico, cítrico doce, chá doce, pungente	1,6	1,58	ND
53	ND	2148	Laranja	1,4	0,75	ND
54	ND	2159	Laranja, casca de laranja	1,2	0,60	ND
55	2210	2226	Laranja, bagaço de laranja	2,1	0,84	0,33
	2222					tr
	2228					tr

IK OSME: Índice de Kováts determinado a partir da média dos tempos em que o odor atingiu sua intensidade máxima na avaliação olfatométrica do aroma III, utilizando coluna cromatográfica de fase estacionária DB-1; IK DIC: Índice de Kováts determinado na corrida cromatográfica (CG-DIC) do aroma III, em coluna de fase estacionária DB-1; I_{MAX} : média da intensidade máxima do odor percebido pela equipe de julgadores; 1: cálculo com base na área total excetuando-se a área do padrão interno (PI), acetato de isoamila; ND: não detectado por CG-DIC; tr: composto detectado por CG-DIC em quantidade traço: % área < 0,10.

TABELA 22. Compostos voláteis de importância odorífera presentes no Aroma III.

Pico	Composto	Coluna utilizada na identificação
1	Butanoato de metila ^{Id}	DB-1
2	Hexanal ^{Id}	DB-1 / DB-WAX
3	Butanoato de etila ^P	DB-1 / DB-WAX
5	α -pineno ^P	DB-1 / DB-WAX
6	β -mirceno ^P	DB-1 / DB-WAX
7	Linalol ^P	DB-1 / DB-WAX
8	Cis-óxido de limoneno ^P	DB-1 / DB-WAX
9	Trans-óxido de limoneno ^P	DB-1
10	β -terpineol ^P	DB-1
11	Citronelal ^{Id}	DB-1 / DB-WAX
12	4-terpineol ^{Id}	DB-1 / DB-WAX
13	α -terpineol ^P	DB-1 / DB-WAX
	Decanal ^{Id}	DB-1 / DB-WAX
14	Trans-carveol ^P	DB-1 / DB-WAX
15	Citral – isômero 1) ^P	DB-1DB-WAX
	β -citronelol ^P	DB-1 / DB-WAX
16	Perilaldeído ^P	DB-1 /
	Trans-geraniol ^P	DB-WAX
17	Citral (isômero 2) ^P	DB-1 / DB-WAX
18	Citral (isômero 2) ^P	DB-1 / DB-WAX
	Decanol ^{Id}	DB-1 / DB-WAX
19	Perilol ^{Id}	DB-1 / DB-WAX
20	Undecanal ^{Id}	DB-1 / DB-WAX
21	Acetato de carvila ^{Id}	DB-1 /
	Hidroxilinalol ^{TI}	DB-WAX
22	Acetato de α -terpenila ^{Id}	DB-1 / DB-WAX
23	Acetato de nerila ^{Id}	DB-1 / DB-WAX
24	Acetato de geranila ^{Id}	DB-1 / DB-WAX
25	Antranilato de dimetila ^{Id}	DB-1 /
	β -cubebeno ^{Id}	DB-WAX
26	Dodecanal ^{Id}	DB-1 / DB-WAX
27	α -cariofileno ^{Id}	DB-1 / DB-WAX
28	Trans- β -farneseno ^{Id}	DB-1 / DB-WAX
29	Valenceno ^P	DB-1 / DB-WAX
30	Cis-nerolidol ^{Id}	DB-1 / DB-WAX
31	Trans-nerolidol ^{Id}	DB-1 / DB-WAX
35	β -sinensal ^{Id}	DB-1 / DB-WAX
38	α -sinensal ^{Id}	DB-1 / DB-WAX
40	Nootkatone ^{Id}	DB-1
41	Hexadecanal ^{Id}	DB-1 / DB-WAX
46	Hexadecanol ^{Id}	DB-1 / DB-WAX

Id: composto identificado através de espectrometria de massas e comparação do índice de Kováts;
P: composto positivamente identificado (espectrometria de massas e uso de padrão puro); TI:
composto tentativamente identificado, através de espectrometria de massas; ¹: fase líquida da
coluna(s) em que o composto foi identificado: DB1 ou DB-WAX.

Os dados gerados pelo julgador 4 não foram considerados na elaboração do aromagrama consensual (Figura 66B), em função do desempenho desse julgador, que será discutido no item 4.5.1.

Como pode ser observado na Figura 66B, excluindo-se o pico do composto utilizado como padrão interno (pico 4), a análise olfatométrica do efluente cromatográfico gerou cinquenta e cinco picos de odores. Através de CG-EM, foi possível identificar 40 compostos voláteis, responsáveis por 35 dos picos odoríferos mostrados na Figura 66B. Dentre os compostos odoríferos identificados (40), os álcoois representaram 32,5% dos mesmos, os aldeídos representaram 27,5%, sendo seguidos pelos ésteres (17,5%), hidrocarbonetos (15,0%), óxidos (5,0%) e cetonas (2,5%).

Nota-se no aromagrama (Figura 66B) a presença de poucos picos de odor nos tempos de retenção anteriores a 15 minutos. No entanto, é nesta região que estão localizados quatro dos cinco picos de maior importância odorífera, ou seja, aqueles que apresentaram intensidades de odor acima de 4,0, quais sejam, picos 2, 3, 5 e 6. A soma das áreas dos picos 2, 3, 5 e 6 corresponde a aproximadamente 19% da área total de todos os picos reportados no aromagrama. Através das Tabelas 21 e 22, verifica-se que, respectivamente, esses picos correspondem aos seguintes compostos: **hexanal** (pico 2, descrito pelos julgadores como apresentando aroma de cidreira, verde, doce, chá, grama), **butanoato de etila** (pico 3, descrito como suco de laranja, tuti-fruti, frutal, doce, floral), α -**pineno** (pico 5, descrito como laranja, cítrico, mato, erva-doce, frutal, chá) e β -**mirceno** (pico 6, associado à laranja, suco de laranja em pó, cidreira, melissa, eucalipto). É interessante observar que: i) todos os descritores atribuídos pelos julgadores a esses compostos estão associados a aromas desejáveis em suco de laranja, que possivelmente melhoram a qualidade sensorial do suco; e, ii) os compostos hexanal e butanoato de etila destacam-se, dentre os quatro compostos mencionados, por possuírem maior poder odorífero, uma vez que, embora apresentem baixa porcentagem de área no cromatograma, foram percebidos como odores de alta intensidade no efluente cromatográfico.

A região do aromagrama (Figura 66B) compreendida entre 15 e 26 min mostra-se abundante em picos de odores, porém de intensidades menores àqueles presentes na região anteriormente citada. Nesta região do aromagrama, encontra-se outro pico de alta importância odorífera, o pico 18 (descrito como laranja, cítrico, sauna e óleo de girassol), que na verdade resulta da mistura dos odores de dois compostos, ***citral*** e ***decanol***.

Ainda que tenham sido percebidos com baixa intensidade no efluente cromatográfico, a maioria dos picos odoríferos reportados entre 15 e 26 minutos destacam-se como compostos de alto poder odorífero, uma vez que, estando presentes em baixas proporções no efluente cromatográfico (Figura 66A), produziram picos de odor no aromagrama (Figura 66B). Nestas condições, podem ser citados os picos 10, 11, 20, 22 e 23, que correspondem, respectivamente, aos compostos β - *terpineol* (laranja, casca de laranja, cítrico, floral), *citronelal* (laranja, casca de laranja, cítrico, cítrico oxidado, albedo, verde sauna seca), *undecanal* (laranja, cítrico, verde cítrico, fruta cozida, cidreira), *acetato de α -terpenila* (cítrico, casca de laranja, tangerina, chá de hortelã) e *acetato de nerila* (cítrico, casca de laranja, tangerina, frutal, verde, chá de hortelã). O mesmo aconteceu com o pico 27 - *α -cariofileno* (laranja, cítrico, frutal, cidreira, folha de cidreira esmagada, gás de cozinha), localizado logo após esta região.

Por outro lado, a comparação entre o cromatograma e o aromagrama (Figura 66) do aroma III, revela a presença de alguns compostos de baixa potência odorífera, dado que estando presentes no efluente cromatográfico em proporções relativamente altas, originaram odores pouco intensos no aromagrama. Destaca-se nestas condições o pico A – *limoneno*, que corresponde a 85% da área total do cromatograma (Figura 66A), não representado no aromagrama consensual (Figura 66B), uma vez que seu odor não foi detectado pelo menos duas vezes por pelo menos dois julgadores. De fato, outros pesquisadores já haviam reportado a baixa potência odorífera do limoneno, acrescentando que esse composto funciona mais como um carregador de outros compostos odoríferos do que como contribuinte direto ao aroma e sabor de laranja

(GARCIA, 2000; BETTINI, 1995; KIMBAL, 1991). Em contrapartida, outros pesquisadores (ELSTON *et al*, 2005; BUETTNER e SCHIEBERLE, 2001; HINTERHOLZER e SCHIEBERLE, 1998; TONDER *et al*, 1998), utilizando outras técnicas olfatométricas, têm reportado que o limoneno contribui significativamente ao aroma do óleo essencial ou do suco de laranja.

Similarmente ao limoneno, os picos 7 – *linalol* (frescor, cidra, cidreira, verde) e 13 – α -*terpineol* + *decanal* (eucalipto, camomila, chá, doce) foram também compostos que, a despeito de estarem presentes em altas concentrações no aroma III, apresentaram impactos odoríferos modestos no efluente cromatográfico.

Como pode também ser observado, a despeito do cromatograma (Figura 66A) apresentar poucos picos após 30 minutos de corrida cromatográfica, a análise sensorial do efluente cromatográfico revelou a presença de vários compostos de importância odorífera para o aroma III, mesmo tendo sido percebidos em baixas intensidades, principalmente nos tempos de retenção entre 32 e 40 minutos. Esse resultado poderia sugerir duas possibilidades: ou esses compostos possuem alto poder odorífero, ou o DIC apresenta baixa sensibilidade para detecção dos mesmos. Entretanto, a justificativa da alta potência odorífera desses compostos é reforçada, uma vez que a maioria dos compostos associados aos picos odoríferos percebidos acima de 34 min (índices de Kováts acima de 1600) não foi também detectada por CG-EM, o que impossibilitou a identificação dos mesmos. É importante comentar que, até o momento, nenhum pesquisador ressaltou a importância odorífera de compostos de alto ponto de ebulição, como aqueles eluídos na região acima mencionada. Outro fator que dificultou a identificação dos compostos associados aos picos odoríferos percebidos acima de 34 minutos no aromagrama (Figura 66B) foi que, além de muitos deles encontrarem-se em quantidades traços no efluente cromatográfico, seus tempos de retenção encontravam-se muito próximos ou coincidentes.

Analisando minuciosamente as descrições dos odores percebidos no efluente cromatográfico do aroma III (Tabela 21), observa-se que, dentre os 55 picos odoríferos, somente 14 apresentaram algum descritor de conotação negativa

e que poderiam contribuir para redução de qualidade do aroma III. Dentre esses descritores encontram-se: maria-fedida (4 citações - picos 8, 15 e 35), amêndoa (3 citações - pico 15, 18 e 36), tostado (2 citações - picos 21 e 28), cítrico oxidado (1 citação - pico 11), fruta oxidada (3 citações - pico 18), óleo de girassol (1 citação - pico 18), cozido (1 citação - pico 19), fruta cozida (1 citação - pico 20), fedido (2 citações - picos 36 e 38), gás de cozinha (1 citação - pico 27) e ardido (2 citações - picos 45 e 48). Os demais picos odoríferos, pelas notas aromáticas que lhes foram atribuídas, muito possivelmente contribuem positivamente para a qualidade do aroma III, sobretudo, pelo fato de muitos deles terem sido associados a aroma de laranja. Desta forma, a análise olfatométrica do efluente cromatográfico do aroma III explicou porque este aroma natural resultou, segundo a opinião dos consumidores, em alta qualidade sensorial do suco, quando foi adicionado à formulação C.

Considerando a alta qualidade sensorial atribuída ao suco de laranja ao qual o aroma III foi adicionado e a contribuição positiva da maioria dos picos odoríferos eluídos após 34 minutos da corrida cromatográfica (Figura 66), é interessante que estudos analíticos futuros sejam realizados a fim de investigar a identidade dos compostos associados aos picos odoríferos dessa região, cuja identificação não foi possível na presente pesquisa.

Adicionalmente aos compostos associados aos picos odoríferos do aromagrama (Figura 66B), outros 37 compostos voláteis, sem importância odorífera para o aroma III, foram também identificados, os quais são apresentados na Tabela 23.

TABELA 23. Compostos voláteis sem importância odorífera para o Aroma III.

IK _{exp}	Composto	% Área	Coluna ¹
< 900	Etanol	tr	DB1 / DB-WAX
< 900	Acetona	tr	DB1
< 900	Álcool isoamílico	tr	DB1 / DB-WAX
< 900	2-metil-4-pentenal	tr	DB1
< 900	<i>Trans</i> -2-hexenal	tr	DB1 / DB-WAX
< 900	<i>Cis</i> -3-hexenol ^P	tr	DB1
< 900	Heptanal	tr	DB1 / DB-WAX
< 900	Acetato de pentila	tr	DB1 / DB-WAX
923	α -tujeno	tr	DB1 / DB-WAX
942	Canfeno	tr	DB1
968	β -pineno ^P	0,23	DB1 / DB-WAX
995	3-careno ^P	tr	DB1 / DB-WAX
1023	Sabineno	6,42	DB1 / DB-WAX
1041	Limoneno ^P (Pico A – Figura 66A)	78,55	DB1 / DB-WAX
1058	<i>Cis</i> - β -ocimeno	tr	DB1
1059	<i>Trans</i> - β -ocimeno	tr	DB1 / DB-WAX
1062	Octanol ^P	0,21	DB1
1066	γ -terpineno	0,19	DB1 / DB-WAX
1083	Terpinoleno	tr	DB1 / DB-WAX
1082	Nonanal	tr	DB1 / DB-WAX
1173	Nonanol	tr	DB1 / DB-WAX
1197	Acetato de octila	0,18	DB1 / DB-WAX
1204	<i>Cis</i> -geraniol ^P	0,62	DB1 / DB-WAX
	<i>Cis</i> -carveol		DB1 / DB-WAX
	<i>R</i> -(-)-carvona ^P		DB1
1229	<i>S</i> (+) carvona	tr	DB1
1374	α -copaeno	0,30	DB1 / DB-WAX
1414	β -cariofileno	0,14	DB1 / DB-WAX
1424	Calareno	0,21	DB1 / DB-WAX
1462	<i>Trans</i> - β -farneseno	0,12	DB1 / DB-WAX
1465*	Dodecanol	tr	DB1
1469	Aromadendreno	tr	DB1 / DB-WAX
1474	Germacreno D	015	DB1 / DB-WAX
1514	δ -cadineno	0,24	DB1 / DB-WAX
	<i>Trans, trans</i> - β -farneseno	tr	DB1
1535	Elemol	tr	DB1 / DB-WAX
1593	Tetradecanal	tr	DB1

IK: índice de Kováts determinado na corrida cromatográfica (CG-DIC) utilizando a coluna DB1; ¹: fase líquida da coluna(s) em que o composto foi identificado: DB1 ou DB-WAX; P: composto positivamente identificado (com uso de padrão puro);*: IK aproximado, pois o composto não foi detectado no CG-DIC.

Comparando os resultados obtidos nesta pesquisa com aqueles reportados na literatura, observa-se que 21 compostos odoríferos identificados no aroma III

(Tabela 22), quais sejam, hexanal, α -pineno, β -mirceno, linalol, citronelal, 4-terpineol, α -terpineol, decanal, *trans*-carveol, citral - 2 isômeros, perilaldeído, *trans*-geraniol, undecanal, acetato de α -terpenila, acetato de nerila, acetato de geranila, dodecanal, α -cariofileno, valenceno, β -citronelol e perilaldeído, foram também identificados por JORDÁN *et al* (2005), que isolaram e identificaram 53 compostos voláteis do *headspace* de suco de laranja fresco, de laranjas de origem espanhola. Assim, confirmam a contribuição odorífera desses compostos para o aroma III. Adicionalmente, doze compostos identificados no efluente cromatográfico, que não apresentaram importância odorífera ao aroma III (Tabela 23), quais sejam, etanol, octanol, dodecanol, *trans*-2-hexenal, nonanal, carvona, sabineno, β -pineno, 3-careno, limoneno, γ -terpineno, β -cariofileno, foram também identificados por JORDÁN *et al* (2005). Infelizmente, a pesquisa conduzida por JORDÁN *et al* (2005) não acessou o impacto odorífero dos compostos voláteis extraídos do *headspace* do suco de laranja.

Os compostos linalol, decanal, citral (*trans*), undecanal e β -sinensal, identificados na presente pesquisa como possuindo entre baixa e moderada importância odorífera ao aroma III, foram reportados como os compostos odoríferos mais importantes nos óleos essenciais provenientes da Flórida (variedade Valência) e do Brasil (Pêra), por GAFFNEY *et al* (1996).

Sete compostos odoríferos, sendo três de alto impact no aroma III – butanoato de etila, e citral e β -mirceno – e outros 4, de baixo a moderado impacto - α -pineno, linalol, valenceno e β -citronelol – foram também reportados por TONDER *et al* (1998), que aplicaram a técnica CG-perfil de odor em suco reconstituído produzido com laranjas brasileiras da variedade Pêra, no tempo inicial de armazenamento. *Decanal*, *decanol*, α e β -*terpineol* foram também identificados por TONDER *et al* (1998) como compostos importantes ao aroma do suco de laranja reconstituído armazenado por 12 meses. Ao todo, TONDER *et al* (1998) relataram 43 compostos odoríferos no suco de laranja reconstituído, tanto no tempo inicial como no tempo final de armazenamento. Nove dos compostos odoríferos citados por TONDER *et al* (1998), não apresentaram importância

odorífera ao aroma III, quais sejam: β -pineno, δ -terpineno, 3-careno, limoneno, nonanal, octanol, β -cariofileno, β -cubebeno e carvona (Tabela 23).

SCHIEBERLE e seus colaboradores (BUETTNER e SCHIEBERLE, 2001; HINTERHOLZER e SCHIEBERLE, 1998) utilizaram a técnica AEDA para acessar a importância odorífera dos compostos presentes em sucos extraídos manualmente de laranjas provenientes da Itália, Espanha e Argentina. Dentre os 37 compostos odoríferos reportados por BUETTNER e SCHIEBERLE (2001) e os 42 compostos odoríferos reportados por HINTERHOLZER e SCHIEBERLE (1998), apenas seis compostos foram considerados de importância odorífera para o aroma III, quais sejam: α -pineno, butanoato de etila, hexanal, mirceno, decanal e linalol e *nootkatone*. Outros dois compostos odoríferos reportados por esses pesquisadores – limoneno e nonanal – não apresentaram importância odorífera para o aroma III.

Assim, comparando-se os resultados obtidos nesta pesquisa com aqueles anteriormente reportados na literatura, observa-se que muitos compostos de importância odorífera ao aroma III já foram de fato citados como importantes ao aroma e sabor do suco de laranja, sobretudo em suco de laranja natural.

Segundo MARCOTTE *et al* (1998), o α -terpineol possui odor desagradável. Entretanto, na presente pesquisa, o pico odorífero associado a esse composto (pico 13) foi descrito como *camomila*, *chá*, *doce* e *eucalipto*, tendo sido resultante de seu odor combinado ao odor do *decanal*. Embora o odor desagradável do α -terpineol, citado por MARCOTTE *et al* (1998), possa ter sido suprimido pelo odor do decanal no aroma III, o descritor *doce* é similar ao descritor *floral* reportado por TONDER *et al* (1998) a esse composto em seu estudo aplicado a suco de laranja reconstituído.

Na presente pesquisa, o *valenceno* (pico 29 da Figura 66, Tabelas 21 e 22) apresentou importância odorífera, ainda que modesta, para o aroma III, tendo sido associado a descritores de conotação positiva, sugerindo que esse composto

contribuiu positivamente à alta qualidade desse aroma (*laranja, cítrico, cidreira e perfume*). Segundo ELSTON *et al* (2005), o valenceno, em concentração normalmente encontrada no óleo essencial, não apresenta impacto odorífero. Nossos resultados sugerem que o enriquecimento do suco de laranja com aromas provenientes de frações destiladas tanto de óleo essencial, como de essência oleosa, resulta em suco de melhor qualidade sensorial porque compostos, que normalmente são encontrados em concentrações abaixo de seus *thresholds*, passam a estar presentes em concentrações bem mais elevadas, contribuindo, assim, positivamente para o aroma e sabor do produto final.

4.4.1. Grau de Consenso da Equipe de Julgadores

As Figuras de 67 a 71 mostram os aromagramas médios de cada julgador que avaliou o efluente cromatográfico do aroma III. Observa-se que, embora os julgadores tenham sido selecionados em função de experiência prévia com testes sensoriais e tenham recebido o mesmo treinamento, ocorreu grande variação no número de odores percebidos: enquanto o julgador 4 percebeu apenas 17 odores no efluente cromatográfico, o julgador 5 detectou 79 odores. Os julgadores 1, 2 e 3 perceberam, respectivamente, 35, 40 e 47 odores no efluente cromatográfico, ou seja, eles/elas detectaram uma média de 40 picos odoríferos. Esses resultados apontam a grande variabilidade existente entre indivíduos, mesmo que treinados na avaliação de efluentes cromatográficos, a qual pode ser devida a duas razões: i) às diferenças entre as sensibilidades olfativas dos indivíduos; e, ii) ao critério de avaliação adotado pelo julgador – liberal, neutro ou conservador – analogamente aos critérios de avaliação de sinal auditivo, estabelecidos pela Teoria de Detecção de Sinal (Goldstein, 1989). Segundo BRAND e MILLOT (2001), muitos fatores podem contribuir para a variabilidade na sensibilidade olfativa entre indivíduos. Dentre eles citam-se o fator genético, o sexo e a experiência ou familiaridade com a substância avaliada.

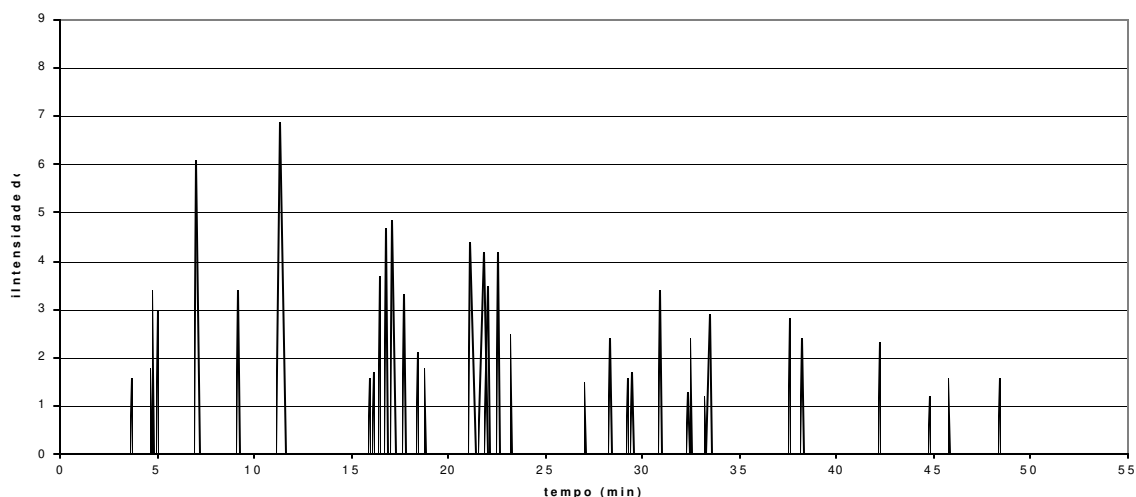


FIGURA 67. Aromagrama médio dos compostos voláteis do aroma III, resultante das avaliações do julgador 1.

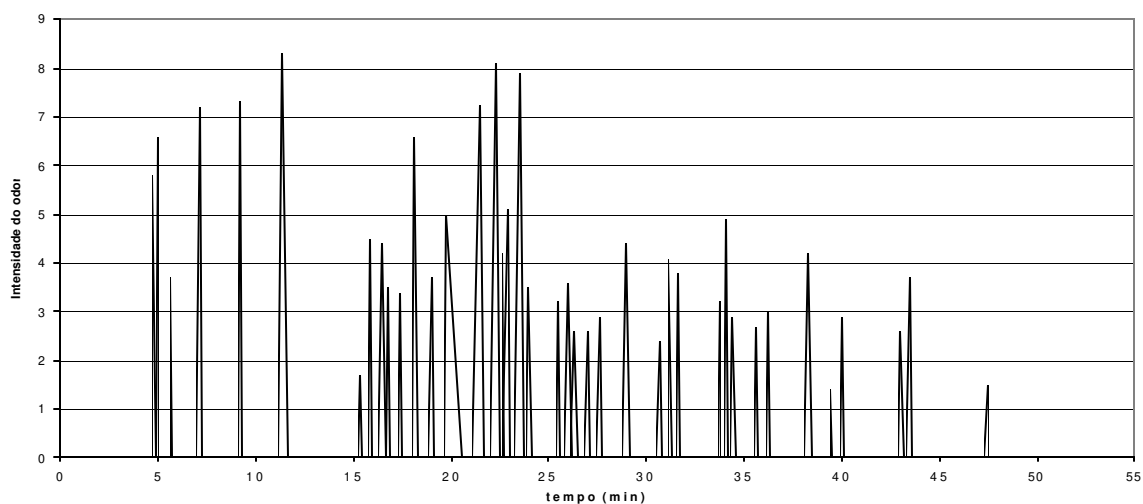


FIGURA 68. Aromagrama médio dos compostos voláteis do aroma III, resultante das avaliações do julgador 2.

Com relação aos critérios de avaliação adotados pelo julgador, Goldstein (1989) afirma que os mesmos afetam os resultados de detecção de sinal da seguinte forma: um julgador que adota um critério liberal, tende a reportar muitos sinais quando eles realmente existem; no entanto, seu julgamento resulta também em muitos falsos alarmes, ou seja, o julgador reporta muitos estímulos que não existem. Por outro lado, um julgador que adota o critério neutro tende a

reconhecer um sinal quando ele realmente existe, produzindo resultados com alta identificação correta de sinal e baixa frequência de falsos alarmes. Finalmente, um julgador que adota o critério conservador produz resultados com baixos níveis de detecção de sinal e de falsos alarmes.

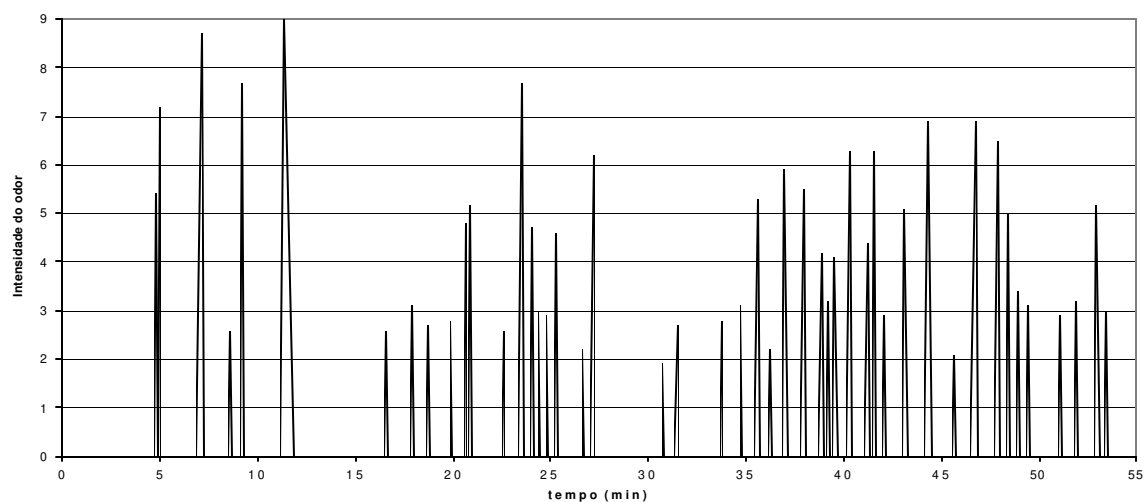


FIGURA 69. Aromagrama médio dos compostos voláteis do aroma III, resultante das avaliações do julgador 3.

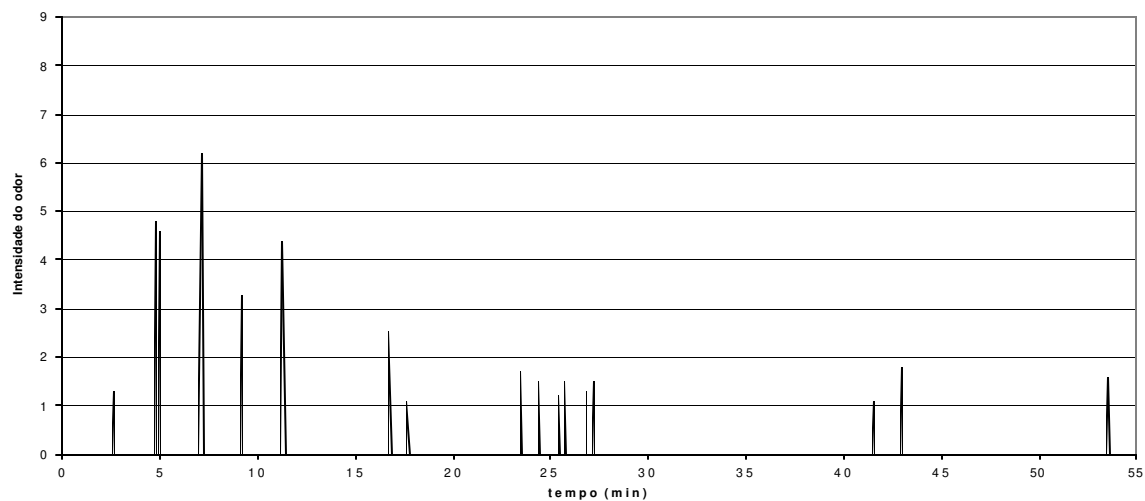


FIGURA 70. Aromagrama médio dos compostos voláteis do aroma III, resultante das avaliações do julgador 4.

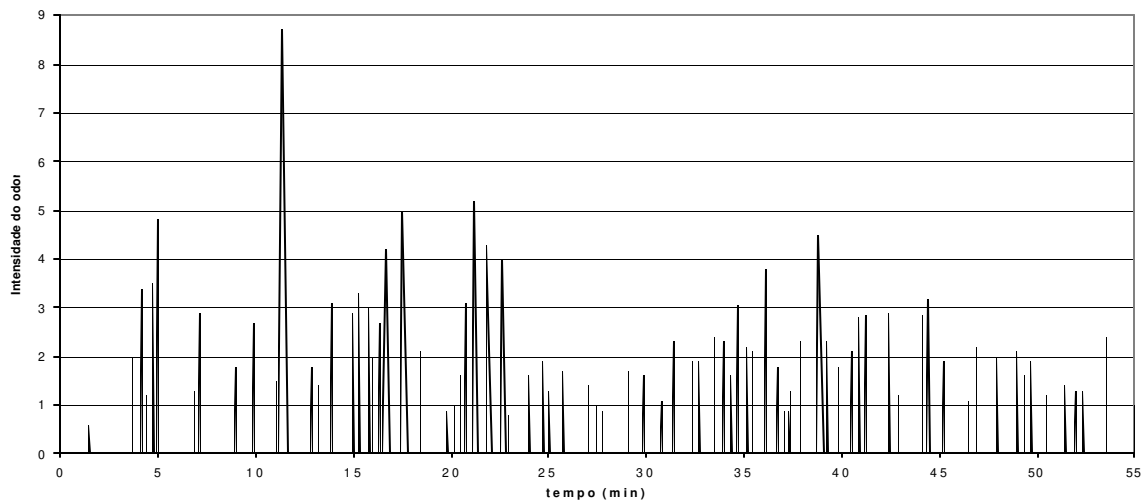


FIGURA 71. Aromagrama médio dos compostos voláteis do aroma III, resultante das avaliações do julgador 5.

Tomando como referência os julgadores 1, 2 e 3, que perceberam quantidades de odores mais próximas entre si, o julgador 4 produziu um aromagrama (Figura 70) contendo menos que 50% da média de picos odoríferos reportados pelos três julgadores (Figuras 67 a 69). Por sua vez, o aromagrama resultante da avaliação do julgador 5 (Figura 71) apresenta aproximadamente o dobro da média de picos odoríferos dos julgadores 1, 2 e 3. Assim, é muito provável que os julgadores 4 e 5 tenham adotado critérios de avaliação conservador e liberal, respectivamente, além de existir diferenças entre suas sensibilidades olfativas.

Através das Figuras de 67 a 71, observa-se que as diferenças julgadores quanto à percepção dos odores nas diversas regiões do aromagrama. As figuras sugerem que eles/elas apresentaram sensibilidades distintas entre si, no decorrer da avaliação olfatométrica. Nos primeiros 15 minutos da corrida cromatográfica, todos os cinco julgadores produziram resultados similares; entre 15 e 25 minutos, os julgadores 1, 2 e 5 geraram aromagramas similares; porém o julgador 2 percebeu maior número de odores nessa região e o julgador 4, baixíssimo número de odores. na região dos tempos de retenção. Por fim, os julgadores 3 e 5

mostraram, notavelmente, maior sensibilidade que os demais julgadores aos compostos que eluíram após 25 minutos de corrida cromatográfica. Assim, os resultados sugerem que a maior sensibilidade do julgador 5 ocorreu realmente com relação aos compostos eluídos após 25 minutos de corrida. Por sua vez, o julgador 4 mostrou baixa detecção de compostos odoríferos durante toda a corrida cromatográfica.

Adicionalmente às diferenças entre julgadores já reportadas nesta pesquisa, ocorreu também variabilidade entre os julgadores com relação ao uso da escala de intensidade e à duração dos picos odoríferos. Analistas sensoriais renomados (STONE e SIDEL, 1993; MEILGAARD *et al*, 1988) afirmam que a utilização de diferentes porções da escala de intensidade para expressar uma mesma percepção sensorial por diferentes indivíduos, mesmo que treinados com amostras referências, ocorre com razoável frequência. De modo geral, os julgadores 2 e 3 utilizaram maiores porções da escala para expressarem diferenças de intensidades entre os odores percebidos, como também registraram maior duração dos mesmos (Figuras 68 e 69). As avaliações realizadas pelos demais julgadores resultaram em aromagramas (Figuras 67, 70 e 71) com picos odoríferos pequenos, mostrando pouca diferença de intensidade entre si, e mais estreitos. O julgador 4 utilizou predominantemente a faixa de intensidade entre 1 e 2, e o julgador 5, a faixa entre 1 e 3, ambas correspondentes à intensidade fraca. Tal fato indica que esses julgadores podem não ter de fato discriminado a intensidade dos compostos voláteis, ou encontrou dificuldades no uso da escala, ou ainda, essa ocorrência pode ser uma característica peculiar ao critério de avaliação que esses julgadores adotam.

A Tabela 24 revela divergências entre os julgadores com relação à importância odorífera dos compostos voláteis, a qual pode ser verificada através da ordenação dos mesmos quanto à intensidade. Mesmo assim, nove dentre os compostos de maior importância odorífera no aroma III - β -mirceno, acetato de isoamila (padrão interno), butanoato de etila, hexanal, citral (isômero 2), decanol,

citronelal, acetato de α -terpenila, α -pineno, estavam entre os 10 compostos mais importantes, segundo a avaliação de pelo menos 3 julgadores.

Adicionalmente, a Tabela 24 apresenta o desvio padrão associado à intensidade máxima de cada pico odorífero gerado por cada julgador, os quais permitem avaliar a reprodutibilidade dos indivíduos. Os desvios padrões gerados pelo julgador 4 variaram entre 0,26 e 1,91 cm, enquanto os dos demais julgadores apresentaram-se na faixa entre 0 e 4,65 cm, os quais são superiores àqueles reportados por outros pesquisadores que aplicaram a técnica OSME: 1,45 a 2,47. Utilizando escala de 16 categorias, DA SILVA *et al* (1994) reportaram de 1,45 e 2,45; ALVES (2004) e GARCIA (2000), utilizando escala de 9 cm, reportaram, respectivamente, desvios padrões entre 0 a 2,50 cm e entre 0,5 a 1,5 cm. Verificando a proporção de picos odoríferos em que cada julgador apresentou desvio padrão superior a 2,50 cm, observa-se que os indivíduos mais reprodutíveis foram os julgadores 1 e 5, que apresentaram, respectivamente, 3 e 19%, dos desvios padrões nessas condições. Por outro lado, o julgador 2 foi aquele que apresentou menor reprodutibilidade, uma vez que mais de 50% dos odores percebidos por esse julgador mostraram desvios padrões superiores a 2,50cm. Segundo esse critério, o julgador 3 apresentou reprodutibilidade intermediária, mostrando 36% dos desvios padrões com valores superiores a 2,50 cm. Algumas possíveis causas podem ser normalmente atribuídas à problemas de reprodutibilidade de equipes treinadas, como falha no treinamento ou na seleção dos julgadores e baixa sensibilidade dos indivíduos aos compostos avaliados. Porém, na presente pesquisa, outros fatores podem ter sido os principais causadores da baixa reprodutibilidade observada para alguns indivíduos, como a complexidade da amostra, com a existência de regiões da corrida cromatográfica muito densas de compostos odoríferos. Esses resultados podem também apontar à necessidade de aprimorar a metodologia de seleção e treinamento de julgadores que utilizam a técnica OSME.

161

- importante

TABELA 24. (continuação) Intensidades máximas médias e desvios padrões dos odores percebidos por cada julgador, em ordem decrescente de importância odorífera.¹

162	+ importante	IK 1801 (2,8 ± 2,75)	Undecanal (4,2 ± 3,67)	IK 2251 (5,2 ± 1,54)	4-terpineol (1,1 ± 0,99)	Pico 37 ND (3,1 ± 0,12)
		Hidroxilinalol (2,5 ± 2,23)	Pico 42 ND (4,2 ± 3,61)	Citral (isômero 2) (5,2 ± 1,07)	Hexadecanol (1,1 ± 1,00)	Cis-óxido de limoneno (3,0 ± 3,11)
		Aromadendreno + Germacreno D (2,4 ± 2,11)	IK 1574 (4,1 ± 1,86)	Pico 48 ^{NI} (5,1 ± 1,13)		Acetato de isoamila (PI) (2,9 ± 2,70)
		IK1620 (2,4 ± 2,06)	Tetradecanal (3,8 ± 3,35)	Pico 52 ND (5,0 ± 3,57)		Nonanal (2,9 ± 3,17)
		Pico 42 ND (2,4 ± 2,16)	IK 814 (3,7 ± 3,24)	Perilaldeído + Geraniol (4,8 ± 1,54)		IK 1959 (2,9 ± 3,37)
		Pico 47 ^{NI} (2,3 ± 2,05)	IK 1201 (3,7 ± 3,38)	Acetato de Nerila (4,7 ± 4,51)		Hexadecanol (2,8 ± 2,08)
		α-terpineol + Decanal (2,1 ± 1,87)	IK 1992 (3,7 ± 3,45)	Antranilato de dimetila + β-Cubebeno (4,6 ± 4,50)		Pico 49 ^{NI} (2,8 ± 0,67)
		2-metil-4-pental (1,8 ± 1,61)	Dodecanal (3,6 ± 3,09)	Hexadecanol (4,4 ± 4,50)		IK 1911 (2,8 ± 2,62)
	- importante	<i>Trans</i> -carveol (1,8 ± 1,91)	Citronelal (3,5 ± 3,05)	Pico 43 ND (4,2 ± 3,74)		IK 953 (2,7 ± 2,25)
		IK 1123 (1,7 ± 1,50)	Acetato de Nerila (3,5 ± 4,54)	Pico 45 ND (4,1 ± 3,72)		β-terpineol (2,7 ± 2,56)
		δ-cadinene (1,7 ± 1,70)	4-terpineol (3,4 ± 3,17)	Pico 53 ND (3,4 ± 3,26)		Pico 33 ^{NI} (2,4 ± 2,14)
		Butanoato de metila (1,6 ± 1,42)	Pico 34 ^{NI} (3,2 ± 0,87)	Pico 44 ND (3,2 ± 3,11)		Pico 56 ND (2,4 ± 0,68)
		<i>Trans</i> -óxido de limoneno (1,6 ± 1,82)	Antranilato de dimetila + β-Cubebeno (3,2 ± 3,96)	Pico 55 ^{NI} (3,2 ± 2,75)		<i>Trans</i> -nerolidol (2,3 ± 0,96)
		Valenceno (1,6 ± 1,76)	Pico 39 ND (3,0 ± 2,60)	4-terpineol + nonanol (3,1 ± 3,15)		β-Sinensal (2,3 ± 2,93)
		IK 2060 (1,6 ± 1,44)	<i>Trans</i> -β-farneseno (2,9 ± 2,72)	Pico 37 ND (3,1 ± 2,73)		Hexadecanal (2,3 ± 2,46)
		Pico 52 ND (1,6 ± 1,39)	Pico 36 ND (2,9 ± 2,85)	Pico 54 ND (3,1 ± 2,78)		Pico 44 ND (2,3 ± 2,40)
		α-cariofileno (1,5 ± 1,34)	IK 1884 (2,9 ± 2,61)	Pico 56 ND (3,0 ± 2,58)		IK 1713 (2,2 ± 2,25)

TABELA 24. (continuação) Intensidades máximas médias e desvios padrões dos odores percebidos por cada julgador, em ordem decrescente de importância odorífera.¹

+ importante	Pico 32 ^{NI} (1,3 ± 1,22)	α-Sinensal (2,7 ± 2,37)	IK 1359 (3,0 ± 2,57)		IK 2091 (2,2 ± 2,42)
	IK1645 (1,2 ± 1,51)	β-cariofileno (2,6 ± 3,22)	Acetato de geranila (2,9 ± 2,52)		α-terpineol + Decanal (2,1 ± 1,86)
	IK 2030 (1,2 ± 1,12)	α-cariofileno(2,6 ± 3,09)	Pico 47 ^{NI} (2,9 ± 2,56)		α-Sinensal (2,1 ± 1,90)
		Pico 48 ^{NI} (2,6 ± 3,20)	IK 2205 (2,9 ± 2,64)		IK 1899 (2,1 ± 1,32)
		<i>Cis</i> -nerolidol (2,4 ± 2,97)	Citral (isômero 1) + β-Citronelol (2,8 ± 2,42)		Pico 53 ND (2,1 ± 2, 20)
		Linalol (1,7 ± 1,65)	Pico 34 ^{NI} (2,8 ± 2,43)		Butanoato de metila (2,0 ± 0,15)
		IK 2107 (1,5 ± 2,08)	<i>Trans</i> -carveol (2,7 ± 2,31)		<i>Trans</i> -óxido de limoneno (2,0 ± 1,70)
		Pico 45 ND (1,4 ± 1,19)	<i>Trans</i> -nerolidol(2,7± 2,53)		Pico 51 ND (2,0 ± 1,73)
			Citronelal (2,6 ± 2,40)		Acetato de geranila (1,9 ± 1,47)
			Undecanal (2,6 ± 2,31)		Pico 32 ^{NI} (1,9 ± 1,62)
			IK 915 (2,6 ± 2,24)		IK 1627 (1,9 ± 2,14)
			Calareno (2,2 ± 1,91)		IK 2043 (1,9 ± 2,06)
			Pico 39 ND (2,2 ± 2,25)		IK 2167 (1,9 ± 1,68)
			IK 2057 (2,1 ± 1,80)		α-pineno (1,8 ± 1,98)
			<i>Cis</i> -nerolidol(1,9 ± 1,65)		Limoneno* (1,8 ± 1,57)
- importante					IK 1770 (1,8 ± 1,59)
					IK 1776 (1,8 ± 0,36)
					Dodecanal (1,7 ± 1,45)
					Valenceno (1,7 ± 1,56)
					Perilaldeído + Geraniol (1,6 ± 1,48)
					Acetato de Nerila (1,6 ± 1,39)
					δ-cadineno (1,6 ± 1,44)
					Pico 36 ND (1,6 ± 1,48)
					Pico 54 ND (1,6 ± 1,44)

TABELA 24. (continuação) Intensidades máximas médias e desvios padrões dos odores percebidos por cada julgador, em ordem decrescente de importância odorífera.¹

+ importante				β -mirceno* (1,5 $\pm$ 1,32)
				α -cariofileno(1,4 $\pm$ 1,27)
				Limoneno* (1,4 $\pm$ 1,23)
				IK 2213 (1,4 $\pm$ 1,63)
				Pico 55 ^{NI} (1,3 $\pm$ 1,17)
				α -copaeno +Antranilato de dimetila (1,3 $\pm$ 1,30)
				IK 860 (1,3 $\pm$ 1,17)
				IK 1793 (1,3 $\pm$ 1,42)
				IK 2236 (1,3 $\pm$ 1,21)
				Pico 48 ^{NI} (1,2 $\pm$ 0,36)
				IK 753 (1,2 $\pm$ 1,11)
				IK 2187 (1,2 $\pm$ 1,10)
				<i>Cis</i> -nerolidol (1,1 $\pm$ 1,05)
				Pico 50 ND (1,1 $\pm$ 0,99)
				<i>Trans</i> - β -farneseno (1,0 $\pm$ 0,90)
- importante				S-(+)-Carvona (1,0 $\pm$ 0,87)
				IK 2300 (1,0 $\pm$ 1,00)
				Citral (isômero 1) + β -Citronelol (0,9 $\pm$ 0,76)
				<i>Nootkatone</i> (0,9 $\pm$ 0,81)
				Dodecanol (0,9 $\pm$ 0,81)
				IK 1790 (0,9 $\pm$ 0,83)
				Acetato de carvila + hidroxilinalol (0,8 $\pm$ 0,70)
				IK 495 (0,6 $\pm$ 0,55)

IK: Índice de Kováts determinado a partir da média dos tempos em que o julgador registrou a intensidade máxima do odor percebido na avaliação olfatométrica do aroma III; ¹Compostos voláteis / IK em negrito: associados a odores percebidos apenas por um provador, não integrantes do aromagrama consensual.

5. CONCLUSÕES

5.1. Impacto dos aromas naturais sobre a aceitação e o perfil sensorial do suco de laranja pronto para beber

Os resultados obtidos, a partir dos testes com consumidores realizados na presente pesquisa, sugerem que os compostos voláteis provenientes da **essência oleosa** contribuem menos para aumentar a aceitação do suco de laranja do que aqueles provenientes de frações de **óleo essencial** e da **essência aquosa**. De fato, observou-se, através do Mapa de Preferência Interno, preferências individuais dos consumidores claramente definidas pelas três formulações adicionadas de aromas contendo frações de óleo essencial – A, C e D. Em contrapartida, as amostras comerciais (G e H) foram as menos preferidas pela maioria dos consumidores e outras duas amostras comerciais (E e F) obtiveram preferências intermediárias. Esses resultados sugerem também que as características sensoriais e a competitividade dos sucos de laranja prontos para beber (*ready-to-drink*) atualmente comercializados no mercado varejista nacional podem ser aprimoradas se melhores aromas naturais, reconhecidos como GRAS (*Generally Recognized as Safe*), forem adicionados durante o processamento para recuperação do sabor desses produtos.

Dos atributos avaliados, através de Análise Descritiva Quantitativa, aromas e sabores de *suco velho* e *cozido* e sabor de *suco natural* foram aqueles que mais discriminaram as seis amostras entre si (A, B, C, D, F e H).

A adição apenas da essência oleosa ao suco reconstituído alterou o perfil sensorial do suco, mesmo que não significativamente ($p \leq 0,05$), em relação às amostras que receberam adição de frações de óleo essencial. O suco apresentou intensidade ligeiramente maior dos seguintes atributos: aroma *doce*, gosto *ácido* e *residual amargo*.

Os atributos associados à baixa qualidade do suco – aroma e sabor *cozido* e de *suco velho* - caracterizaram fortemente a amostra comercial H, cujo perfil sensorial foi o que mais se distinguiu dos perfis das demais amostras avaliadas.

5.2. Estabilidade sensorial dos aromas naturais ao processamento térmico do suco de laranja pronto para beber (*ready-to-drink*)

De modo geral, a presente pesquisa indicou que os aromas naturais estudados apresentam boa estabilidade ao processamento térmico associado à produção de sucos prontos para beber (*ready-to-drink*), uma vez que não houve diferença significativa entre as médias de aceitação das amostras pré e pós-processamento, mesmo que variações nos perfis sensoriais das formulações tenham sido percebidas pela equipe treinada.

A avaliação dos perfis sensoriais das formulações sugeriu que o enriquecimento do óleo essencial com frações destiladas dos três subprodutos do processamento da laranja, quais sejam, óleo essencial e essências oleosa e aquosa, notadamente esta última, resultam em maior estabilidade ao processamento térmico do que aromas derivados apenas do óleo essencial.

Em complementação, este estudo revelou também que a presença de voláteis provenientes de frações destiladas da essência aquosa no aroma natural de laranja, mesmo que em proporções minoritárias, realça no suco notas de sabor de *suco natural* e suaviza as notas de aroma e sabor de *casca de laranja*.

5.3. Impacto dos aromas naturais sobre a estabilidade sensorial do suco pronto para beber (*ready-to-drink*) durante o armazenamento da bebida

Em todas as formulações, observou-se alteração do perfil sensorial ao longo do período de armazenamento, com diminuição das intensidades dos atributos aroma e sabor de *casca de laranja*, e sabor de *suco natural*, com concomitante aumento das intensidades dos atributos *escurecimento*, aroma e sabor de *suco velho* e *cozido*.

A presente pesquisa mostrou que aromas contendo frações de **óleo essencial** (Aromas I, III, IV), conferiram maior estabilidade durante o armazenamento ao suco de laranja em que foram incorporados do que aromas contendo exclusivamente frações de **essência oleosa** (Aroma II). De fato, observou-se que o impacto das alterações dos perfis sensoriais das formulações sobre a aceitação do suco de laranja pelos consumidores, durante o armazenamento, foi maior na formulação contendo exclusivamente frações de **essência oleosa** -, que apresentou queda significativa ($p \leq 0,05$) da aceitação aos 20 dias de armazenamento. Para as demais formulações – todas contendo frações de **óleo essencial** -, essa queda ocorreu aos 40 e 60 dias de armazenamento. Uma possível explicação para isso é a presença de agentes antioxidantes naturais presentes frações derivadas do óleo essencial.

Adicionalmente, os resultados desta pesquisa sugeriram que a adição de óleo essencial enriquecido com frações destiladas do próprio óleo essencial ao suco de laranja resulta em melhores qualidade e estabilidade sensoriais à bebida do que a adição ao suco do óleo essencial na sua forma integral.

Altas correlações positivas foram observadas entre os atributos associados à baixa qualidade do suco – *escurecimento*, aroma e sabor *cozido* e de *suco velho*. Correlações negativas foram observadas entre os atributos associados à boa qualidade do suco de laranja, quais sejam: aroma e sabor de *casca de laranja*, sabores *de suco natural*. Em complementação, a presente pesquisa revelou a existência de correlação positiva ($p \leq 0,05$) dos atributos hedônicos avaliados – aceitação global, do aroma e do sabor - com dois atributos sensoriais descritivos: aroma de *casca de laranja* e sabor de *suco natural*, indicando que esses atributos foram aqueles que efetivamente contribuíram para a boa aceitação do suco pelos consumidores. Por outro lado, os descritores associados à perda de qualidade do suco, principalmente os atributos *escurecimento*, aroma e sabor de *cozido* e *de suco velho* -, apresentaram também alta correlação com a aceitação das amostras, porém, contribuindo para a diminuição da mesma.

Em todas as formulações de suco de laranja, ao longo do período de armazenamento, ocorreram queda dos teores de vitamina C e concomitante escurecimento dos sucos. Essas alterações eram esperadas, uma vez que a temperatura, a incidência de luz e a presença de oxigênio exercem efeitos catalisadores sobre a degradação da vitamina C, resultando em compostos de cor caramelo (FENNEMA, 1996).

Finalmente, foram observadas altas correlações positivas ($p \leq 0,05$) entre os índices de escurecimento e aqueles atributos associados à perda de qualidade sensorial do suco durante o armazenamento, bem como altas correlações negativas entre esses atributos sensoriais e os teores de vitamina C.

5.4. Compostos Voláteis de Importância Odorífera para o Aroma III

A análise olfatométrica do efluente cromatográfico do aroma III – elaborado com frações de óleo essencial e frações de essência oleosa - gerou cinquenta e seis picos de odores, dos quais poucos apresentaram algum descritor de conotação negativa que poderia contribuir para a redução de qualidade do aroma III. Assim, a maioria dos voláteis odoríferos presentes no aroma III contribuem, possivelmente, para a boa qualidade desse aroma, sobretudo, pelo fato de muitos deles terem sido descritos como aroma de laranja, cítrico, cidreira, etc.

Foram identificados cinco compostos de maior importância odorífera presentes no aroma III, quais sejam: **hexanal** (descrito pelos julgadores como apresentando aroma de cidreira, verde, doce, chá, grama), **butanoato de etila** (descrito como suco de laranja, tuti-fruti, frutal, doce, floral), α -**pineno** (descrito como laranja, cítrico, mato, erva-doce, frutal, chá), β -**mirceno** (associado à laranja, suco de laranja em pó, cidreira, melissa, eucalipto) e, resultando em único pico odorífero, **citral** (descrito como laranja, cítrico, sauna) e **decanol** (descrito como óleo de girassol).

Os compostos β -terpineol, citronelal, undecanal, acetato de α -terpenila, α -cariofileno e dois compostos não identificados foram considerados como compostos de alto poder odorífero, pois, presentes em baixas proporções no efluente cromatográfico, produziram picos de odor no aromagrama.

Por outro lado, os resultados da presente pesquisa revelaram a presença de alguns compostos de baixa potência odorífera no aroma III, quais sejam: limoneno, que não apareceu no aromagrama consensual, linalol e, resultando em único pico odorífero, α -terpineol e decanal.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS*

ABREU, L. F. **Avaliação de processo de sanificação química de garrafas plásticas para sistemas assépticos**. 2001. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos). Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2001.

ACREE, T. E.; BARNARD, J.; CUNNINGHAM, D. G. A procedure for sensory analysis of gas chromatographic effluents. **Food Chemistry**, v. 14, p. 273-286, 1984.

ACREE, T. E.; TERANISHI, R. **Flavor Science : Sensible Principles and Techniques**. Washington, DC : American Chemical Society, 1993, 351p.

ACREE, T. E.; BARNARD, J. Gas-chromatography-olfatometry and Charm analysis. *In*: MAARSE, H.; VAN DER HEIJ, D. G. (Eds.). **Trends in Flavor Research**. Amsterdam: Elsevier science Publishers, p. 221-220, 1994.

ACREE, T. E.; ARN, H. **Gas chromatography-olfactometry (GCO) of natural products**. New York State Agricultural Experiment Station. Cornell (EUA): Cornell University. 2004. Disponível em: <http://www.nysaes.cornell.edu/flavornet/>. Acesso em 22 de jun. 2004.

ADAMS, R. P. **Identification of essential oils by ion trap mass spectroscopy**. San Diego: Academic Press, 1989, 302p.

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **ANVISA**: Resolução RDC 259, de 20 setembro de 2002. Regulamento técnico sobre rotulagem de alimentos embalados. Diário Oficial [da República Federativa do Brasil], Brasília, 23 de setembro de 2002. Disponível em <<http://www.anvisa.gov.br/e-legis>>, Acesso em: 04 jan. 2006.

ALMEIDA, T. C. A.; HOUGH, G.; DAMÁSIO, M. H.; SILVA, M. A. A. P. **Avanços em Análise Sensorial**. Eds. São Paulo: Livraria Varela, 1999, 286p.

ALVES, G. L. **Compostos voláteis importantes para o aroma de jenipapo (*Genipa americana* L) e murici (*Byrsonima crassifolia* L. Rich)**. 2004. Tese (Doutorado em Ciências de Alimentos)-Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2004.

ALVES, R. M. V.; GARCIA, E. E. C. Embalagem para sucos de frutas. **Coletânea do Instituto de Tecnologia de Alimentos**, v. 23, n. 2, p. 105-122, Instituto de Tecnologia de Alimentos, 1993.

AMADOR, J. R. **Estudo de óleos essenciais e essências de frutas cítricas através de técnicas cromatográficas. Caracterização, controle de qualidade e desenvolvimento de técnicas aplicadas**. 1998. Tese (Doutorado em Ciências – Química Analítica)-Instituto de Química, Universidade de São Paulo, São Carlos, 1998.

*De acordo com as normas da ABNT (NBR 606023/2002)

AMARO, A. A. Citricultura. *In: Prognóstico agrícola 1999/2000. Informações Econômicas*, v. 29, n. 12, p. 65-74, 1999.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM**: Sp. Tech. Publ. N° 758 - Guidelines for the selection and training of sensory panel members, Philadelphia, EUA, 1981, 35p.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM**: E18.06.07. Standard guide for the shelf life determination of consumer products by sensory evaluation, Philadelphia, EUA, 1993, 11p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT**: Análise sensorial dos alimentos e bebidas. NBR 12806, Rio de Janeiro: ABNT, 1993.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **AOAC**: Official methods of analysis, 14^a ed., Arlington (EUA): AOAC, p. 844-845, 1984.

ATTAWAY, J. A.; WOLFORD, R. W.; EDWARDS, G. J. Isolation and identification of some volatile carbonyl components from orange essence. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 10, p. 102-104, 1962.

ATTAWAY, J. A.; WOLFORD, R. W.; ALBERDING, G. E.; EDWARDS, G. J. Identification of alcohol and volatile organic acids from natural orange essence. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 12, p. 118-121, 1964.

AYHAN, Z.; YEOM, H. W.; ZHANG, Q. H.; MIN, D. B. Flavor, color and vitamin C retention of pulsed electric field processed orange juice in different packaging materials. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 49, p. 669-674, 2001.

BAZEMORE, R. A. **Osme and sensory analysis of aqueous orange essence**. 1995. Tese (Master Science), Oregon State University, Corvallis, EUA, 1995.

BEHRENS, J. H. **Avaliação do efeito do cultivar de uva (*Vitis vinifera*), da região de plantio e vinícola sobre o perfil sensorial e aceitação de três variedades de vinhos brancos varietais nacionais**. 1998. Tese (Mestrado em Ciência da Nutrição)-Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1998.

BEHRENS, J. H.; DA SILVA, M. A. A. P.; WAKELING, I. N. Avaliação da aceitação de vinhos brancos varietais brasileiros através de testes sensoriais afetivos e técnica multivariada de mapa de preferência interno. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 19, n. 2, p. 214-220, 1999.

BENASSI, M. T. **Análise dos efeitos de diferentes parâmetros na estabilidade de vitamina C em vegetais processados**. 1990. Tese (Mestrado em Ciência de Alimentos)-Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1990.

BERNHARD, R. A. Citrus flavor. Volatile constituents of the essential oil of the orange. **Journal of Food Science**, v. 26, p. 401-411, 1961.

BERRY, R. E. Recent developments in analytical techniques for citrus products. **Food Technology**, sept., p. 91-94, 1985.

BETTINI, M. F. M. **Estudo de aromas cítricos através de métodos sensoriais, cromatográficos e espectroscópicos**. Tese (Doutorado em Ciências – Química Analítica)-Instituto de Química, Universidade de São Paulo, São Carlos, 1995.

BETTINI, M. F. M.; SHAW, P. E.; LANÇAS, F. M. Sensory and analytical evaluations of Brazilian orange juices and aromas. **Fruit Processing**, v. 7, p. 283-287, 1998.

BOVILL, H. Natural aroma chemicals from oranges and other botanical sources. **Perfumer and Flavorist**, v. 21, p. 9–11, 1996.

BRADDOCK, R. J.; PETRUS, D.R. Malonaldeyde in aqueous orange juice. **Journal of Food Science**, v. 36, p. 1095–1097, 1971a.

BRADDOCK, R. J.; KESTERSON, J. W. Quantitative analysis of aldehydes, esters, alcohols and acids from citrus oils. **Journal of Food Science**, v. 41, n. 5, p. 1007–1010, 1976.

BRAND G.; MILLOT J. L. Sex differences in human olfaction: Between evidence and enigma. **Quarterly Journal of Experimental Psychology Section B-Comparative And Physiological Psychology**, v. 54, n. 3, p.259-270, 2001.

BRAT, P.; REGA, B.; PASCALINE, A.; REYNES, M.; BRILLOUET, JM. Distribution of volatile compounds in the pulp, cloud, and serum of freshly squeezed orange juice. **Journal Agricultural and Food Chemistry**, v. 51, n. 11, p. 3442-3447, 2003.

BUETTNER, A.; SCHIEBERLE, P. Evaluation of aroma differences between hand-squeezed juices from Valencia late and navel oranges by quantitation of key odorants and flavor reconstitution experiments. **Journal Agricultural and Food Chemistry**, v. 49, p. 2387-2394, 2001.

COLEMAN, R. L.; LUND, E. D.; MOSHONAS, M. G. Composition of orange essence oil. **Journal of Food Science**, v. 34, p. 610–611, 1969.

COLEMAN, R. L.; SHAW, P. E. Analysis of Valencia orange essence and aroma oils. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 19, n. 3, p. 520–523, 1971.

CORTELAZZI, T. D. **Composição de voláteis e qualidade de aroma do óleo d limoneno**. 1995. Tese (Mestrado em Ciência de Alimentos)-Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1995.

DA SILVA, M. A. A. P. **Flavor properties and stability of a corn-based snack: aroma profiles by chromatography (GC), GC-Olfatometry, masss spectrometry, and descriptive sensory analysis**. 1992. Tese (Doutorado em *Food Science and Technology*)-Oregon State University,Corvallis, OR, EUA, 1992.

DA SILVA, M. A. A. P.; ELDER, V.; LEDERER, C.L.; LUNDHAL, D.S.; MCDANIEL, M.R. Flavor properties and stability of a corn-based-snack: relating sensory, gas-chromatography and mass-spectrometry data. *In*: CHARALAMBOUS, G. (Ed.) **Shelf-Life Studies of Foods and Beverages**. New York: Elsevier, 1993, p. 707-738.

DA SILVA, M. A. A. P.; LUNDHAL; D.S.; MCDANIEL, M.R. The capability and psychophysics of Osme, a new CG-olfatometry technique. *In*: MAARSE, H.; VAN DER HEIJ, D. G. Eds **Trends in Flavor Research**. New York: Elsevier Science, v. 1, 1994, p. 191-209.

DA SILVA, M. A. A. P. Avaliação de atributos sensoriais por técnicas Tempo-intensidade. In: ALMEIDA, T.C.A.; HOUGH, G.; DAMÁSIO, M.H.; DA SILVA, M. A. A. P. Eds. **Avanços em Análise Sensorial**. São Paulo: Livraria Varela, 1999, p. 49-61.

DA SILVA, M. A. A. P.; SAMPAIO, K. L.; BERTOLINI, A. C. CG-olfatometria (CGO): Uma revisão. In: FRANCO, M.R.B. **Aroma e Sabor de Alimentos: temas atuais**. São Paulo: Livraria Varela, 2004, p. 29-46.

DAILLANT-SPINNLER, B.; MACFIE, H. J. H.; BEYTS, P. K.; HEDDERLEY, D. Relationships between perceived sensory properties and major preference directions of 12 varieties of apples from the southern hemisphere. **Food Quality and Preference**, v. 7, n. 2, p. 113-126, 1996.

DAMÁSIO, M. H.; COSTELL, E. Análisis sensorial descriptivo: generación de descriptores y selección de catadores. **Revista de Agroquímica y Tecnología de Alimentos**, v. 31, n. 2, p. 165-178, 1991.

DAVIES, N.W., Gás chromatographic retention índices of monoterpenes and sesquiterpenes on methyl silicone and Carbowax 20M phases. **Journal of Chromatography**, v. 3, p. 1-24, 1990.

DINSMORE, H.L.; NAGY, S. A rapid gas chromatographic method for study of volatile carbonyl compounds from orange juice and their changes during storage. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 19, p. 517-519, 1971.

DINSMORE, H.L.; NAGY, S. Colorimetric furfural measurement as an index of deterioration in stored citrus juices. **Journal of Food Science**, v. 37, p. 768-770, 1972.

ELSTON, A.; LIN, J.; ROUSEFF, R. Determination of the role of valencene in orange oil as a direct contributor to aroma quality. **Flavour and Fragrance Journal**, v. 20, p. 281-386, 2005.

ESCOBAR, M.R.; GONÇALVES, J.S.; CARDOSO, J.L. Diferenças e similaridades entre os segmentos do complexo citrícola paulista. **Agricultura em São Paulo**, v. 46, n. 1, 1999.

ETIÉVANT, P. X.; CALLEMENT, G.; LANGLOIS, D.; ISSANCHOU, S.; COQUIBUS, N. Odor intensity evaluation in gas chromatography-olfactometry by finger span method. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 47, p. 1674-1680, 1999.

ETTRE, L. S. The Kováts retention index system. **Analytical Chemistry**, v. 36, p. 31A-41A, 1964.

FALLICO, B.; LANZA, M. C.; MACCARONE, E.; ASMUNDO, C. N.; RAPISARDA, P. Role of hydroxycinnamic acids and vinylphenols in the flavor alteration of blood orange juices. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 44, p. 2654-2657, 1996.

FARIA, J. A. F. **Sistema de esterilização de embalagens**. BR. Instituto Nacional de Propriedade industrial (INPI). Pedido de patente, protocolo nº 1427, 2001.

FARIA, J. A. F. **Desenvolvimento de sistema asséptico para sucos e bebidas isotônicas em embalagens plásticas**. 2002. Projeto FAPESP (referente ao Processo nº 99/0303-4)-Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo, 2002.

FENNEMA, O. R. **Food Chemistry**. 3 ed. New York: Marcel Dekker, 1996, 1069 p.

FIGUEIREDO, I.B.; TOCCHINI, R.P.; BORDONI, L.C.A.G. Observações sobre os componentes voláteis e alterações organolépticas em sucos concentrados de laranja pêra. **Boletim da Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 16, n. 2, p. 191-207, 1979.

GAFFNEY, B. M.; HAVEKOTTE, M.; JACOBS, B.; COSTA, L. Charm Analysis of two *Citrus sinensis* peel oil volatiles. **Perfumer and Flavorist**, v. 21, p. 1-2, 4-5, 1996.

GANCEL, A-L.; OLLITRAULT, P.; FROELICHER, Y.; TOMI, F.; JACQUEMOND, C.; LURO, F.; BRILLOUET, J-M. Leaf volatile compounds of seven citrus somatic tetraploid hybrids sharing willow leaf mandarin (*Citrus deliciosa* Ten.) as their common parent. **Journal Agricultural and Food Chemistry**, v. 51, n. 20, p. 6006-6013, 2003.

GARCIA, L.V. **Efeito do óleo essencial de laranja no aroma e sabor do suco concentrado congelado: a colaboração do consumidor**. 2000. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos)-Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo, 2000.

GARCIA, L.V.; BETTINI, M.F.M.; WAKELING, I.; DA SILVA, M. A. A. P. Metodologia de superfície de resposta vs. mapa de preferência interno para avaliação da adição de frações de óleo essencial sobre a aceitação de suco de laranja concentrado. In: FRANCO, M.R.B. **Aroma e Sabor de Alimentos: temas atuais**. São Paulo: Livraria Varela, 2004, p. 127-142.

GARRUTTI, D. S.; **Composição de voláteis e qualidade de aroma do vinho de caju**. 2001. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos)-Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo, 2001.

GARRUTTI, D. S.; FRANCO, M.R.B.; DA SILVA, M. A. A. P.; JANZANTTI, N. S.; ALVES, G. L. Evaluation of volatile flavour compounds from cashew apple (*Anacardium occidentale* L) juice by the Osme gas chromatography/olfactometry technique. **Journal of Science and Food Agriculture**, v. 83, p. 1455-1462, 2003.

GOLDSTEIN, E. B. **Sensation and Perception**. 3^a ed. Belmont: Wadsworth Publishing Company, 1989, 598p.

GROSCH, W. Evaluation of the key odorants of foods by dilution experiments, aroma models and omission. **Chemical Senses**, v. 26, p. 533-545, 2001.

GUADAGNI, D. G.; OKANO, S.; BUTTERY, R. G.; BURR, H. K. Correlation of sensory and gas-liquid chromatographic measurements of apple volatiles. **Food Technology**, v. 18, n. 2, p. 166-169, 1964.

GUADAGNI, D. G.; BUTTERY, R. G.; HARRIS, J. Odor intensities of hop oils components. **Journal of Science and Food Agriculture**, v. 17, p. 142-144, 1966.

GUADAGNI, D. G.; BUTTERY, R. G.; TURNBAUGH, J. G. Odour thresholds and similarity ratings of some potato chip components. **Journal of Science and Food Agriculture**, v. 23, p. 1435-1444, 1972.

GUENTHER, E. S.; GRIMM, C. H. Identification of citral in California orange oil. **Journal of American Chemical Society**, v. 60, p. 933-934, 1938.

GUICHARD, H.; GUICHARD, E.; LANGLOIS, D.; ISSANCHOU, S.; ABBOTT, N. GC-sniffing analysis: olfactive intensity measurement by two methods. **Zeitschrift für Lebensmittel Untersuchung und-Forschung**, v. 201, p. 344-350, 1995.

HALL, J. A.; WILSON, C P. The volatiles constituents of Valencia orange juice. **Journal of American Chemical Society**, v. 47, p. 2575-2584, 1925

HINTERHOLZER, A.; SCHIEBERLE, P. Identification of the most odour-active volatiles in fresh, hand-squeezed juice of Valencia late oranges by odour dilution techniques. **Flavour and Fragrance Journal**, v. 13, p. 49-55, 1998.

HUNTER ASSOCIATES LABORATORY. **HUNTERLAB**: User's Manual – version 3.1. Virginia: HUNTERLAB, Inc., cap. 17-18, 1996.

HUNTER, G. L.; BROGDEN JR., W. B. 2,4-p-Menthadiene. A new monoterpene from Valencia orange oil. **Journal of Organic Chemistry**, v. 29, p. 498, 1964.

HUNTER, G. L.; PARKS, G.L. Isolation of β -elemene from orange oil. **Journal of Food Science**, v. 29, p. 25-26, 1964.

HUNTER, G. L.; BROGDEN JR., W. B. Terpenes and sesquiterpene in cold-pressed orange oil. **Journal of Food Science**, v.30, n.1, p.1–4, 1965a.

HUNTER, G. L.; BROGDEN JR., W. B. Analysis of the terpene and sesquiterpene hydrocarbons in some citrus oils. **Journal of Food Science**, v.30, n.3, p 383-387, 1965b.

HUNTER, G.L.; MOSHONAS, M. G. Isolation and identification of alcohols in cold-pressed Valencia orange oil by liquid-liquid extraction and gas chromatography. **Analytical Chemistry**, v.37, p. 378-380, 1965.

IKEDA, R. M.; STANLEY, W. L.; ROLLE, L. A.; VANNIER, S. H. Monoterpene hydrocarbon composition of citrus oils. **Journal of Food Science**, v. 27, p. 593-596, 1962b.

JAEGER, S. R.; ANDANI, A.; WAKELING, I. N.; MACFIE, J. H. Consumer preferences for fresh and aged apples: a cross-cultural comparison. **Food Quality and Preference**, v. 9, n.5, p. 335-366, 1998.

JENNINGS, W. G.; SHIBAMOTO, T. **Qualitative analysis of flavor and fragrance volatiles by glass capillary gas chromatography**. San Francisco Academic Press, 472p, 1985.

JOHNSON, J D.; VORA, J. D. Natural citrus essences. **Food Technology**, v.37, p. 92–93, 97, 1983.

JORDÁN, M. J.; GONDER, K. L.; CASTILLO, M.; LAENCINA, J. Comparison of two headspace solid phase microextraction fibres for the detection of volatile chemical concentration changes due to industrial processing of orange juice. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 85, p. 1065-1071, 2005.

KAANANE, A.; KANE, D.; LABUZA, T.P. time and temperature effect on stability on Moroccan processed orange juice during storage. **Journal of Food Science**, v.53, n.5, p.1470-1473, 1489, 1988.

KEFFORD, J. F.; MACKENZIE, H. A.; THOMPSON, P. C. O. **Journal of Science of Food and Agriculture**, v. 10, p. 51-63, 1959.

KENNEDY, J. F.; RIVERA, Z. S.; LLOYD, L. L. WARNER, F.P. JUMEL, K. L-ascorbic acid stability in aseptically processed orange juice in Tetra Brik cartons and the effect of oxygen. **Food Chemistry**, v. 45, p. 327-331, 1992.

KIMBALL, D. A. **Citrus processing: quality control and technology**. New York: Van Nostrand Reinhold, 1991, 473p.

KIMBALL, D. A. **Citrus processing: a complete guide**. 2nd ed. Gaithersburg: Aspen Publishers, Inc, 1999, 450p.

KIRCHNER, J. G., MILLER, J. M. Volatile water-soluble and oil constituents of Valencia orange juice. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 5, p. 283-291, 1957.

LABUZA, T.P.; SCHMIDL, M.K. Use of sensory data in the shelf life testing of foods: principles and graphical methods for evaluation. **Cereal Foods World**, v. 33, n. 2, p. 193-206, 1988.

LE GUEN, S.; PROST, C.; DEMAINAY, M. Critical comparison of three olfactometric methods for the identification of the most potent odorants in cooked mussels (*Mytilus edulis*). **Journal of Agriculture and Food Chemistry** v. 48, p. 1307-1314, 2000.

LEE, H.S.; NAGY, S. Relationship of sugar degradation to detrimental changes in citrus juice quality. **Food Technology**, v.42, p.91-94, 97, 1988.

LEE, H. S.; CHEN, C. S. Rates of vitamin C loss and discoloration in clear orange juice concentrate during storage at temperatures of 4 – 24°C. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 46, p. 4723-4727, 1998.

LIFSHITZ, A.; STANLEY W. L.; STEPAN, Y. Comparison of Valencia essential oils from California, Florida and Israel. **Journal of Food Science**, v. 35, p. 547-548, 1970.

LINSSEN, J. P. H.; JANSSENS, G. M.; ROOZEN, J. P.; POSTHUMUS, M. A. Combined gas chromatography and sniffing for analysis of volatile compounds of mineral water packed in polyethylene laminated packages. **Food Chemistry**, v. 46, p. 367-371, 1993.

LOTA, M.L.; SERRA, D. R.; JACQUEMOND, C.; TOMI, F.; CASANOVA, J. Chemical variability of peel and leaf essential oils of sour orange. **Flavour and Fragrance Journal**, v. 16, p. 89–96, 2001.

LUND, E. D.; COLEMAN, R. L.; MOSHONAS, M. G. **Phytochemistry**, v. 9, p. 2419-2422, 1970.

LUND, E. D.; BRYAN, W. L. Commercial orange essence: comparison of composition and methods of analysis. **Journal of Food Science**, v. 42, n. 2, p. 385–388, 1977.

MANHEIM, C.H.; HAVKIN, M. Shelf-life of aseptically bottled orange juice. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 5, p. 1-6, 1981.

MARCOTTE, M.; STEWART, B.; FUSTIER, P. Abused thermal treatment impact on degradation products of chilled pasteurized orange juice. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v.46, p. 1991-1996, 1998.

MATHEWS, R.F.; BRADDOCK, R.J. Recovery and applications of essential oils from oranges. **Food Technology**, v. 41, n. 1, p. 57-61, 1987.

MCDANIEL, M.R.; MIRANDA-LOPEZ, R.; WATSON, B.T.; MICHEALS, N.J.; LIBBEY, L.M. *Pinot Noir* aroma: a sensory/chromatography approach. In: Charalambous, G. (Ed.) **Flavor and Off-flavors**. Série: Developments in Food Science v. 24. Amsterdam: Elsevier Science Publishers, 1990. p. 23-36.

MEILGAARD, M. C.; PEPPARD, T. L. The flavour of beer. In: MORTON, I. D., MCLEOD, A. J., (Eds) **Food Flavors – Part B. The Flavour of Beverages**. ed. Amsterdam: Elsevier Science Publishers, 1986. p. 99-170.

MEILGAARD, M.; CIVILLE, G.V.; CARR, B.T. **Sensory Evaluation Techniques**. Boca Ranton: CRC Press, 1987. 281 p.

MEYDAV, S.; SAGUY, I.; KOPELMAN, I.J. Browning determination in citrus products. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 25, n. 3, p. 602-604, 1977.

MINH TU, N. T.; THANH, L. X.; UNE, A.; UKEDA, H.; SAWAMURA, M. Volatile constituents of Vietnamese pummelo, orange, tangerine and lime peel oils. **Flavour and Fragrance Journal**, v. 17, p. 169–174, 2002.

MIRANDA-LOPEZ, R.; LIBBEY, B. T.; WATSON, B. T.; MCDANIEL, M. R. Identification of odor-active compounds in Pinot Noir wines. **American Journal of Enology and Viticulture**, v. 43, p. 90-92, 1992.

MITIKU, S. B.; SAWAMURA, M.; ITOH, T.; UKEDA, H. Volatile components of peel cold-pressed oils of two cultivars of sweet orange (*Citrus sinensis* (L.) Osbeck) from Ethiopia. **Flavour and Fragrance Journal**, v. 15, p. 240–244, 2000.

MOSHONAS, M. G.; Isolation of piperitenone and 6-methyl-5-hepten-2-one from orange oil. **Journal of Food Science**, v. 32, p. 206-207, 1967.

MOSHONAS, M. G.; LUND, E. D.; Isolation and Identification of a series of α , β -unsaturated aldehydes from Valencia orange peel oil. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v.17, p. 802-803, 1969.

MOSHONAS, M. G.; LUND, E. D.; Aldehydes, ketones and esters in Valencia orange peel oil. **Journal of Food Science**, v. 34, p. 502-503, 1970.

MOSHONAS, M. G.; LUND, E. D.; BERRY, R. E.; VELDHUIS, M. K. Distribution of aqueous aroma components in the orange. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 20, n. 3, p. 688–690, 1972.

MOSHONAS, M.G.; SHAW, P.E. Some newly found orange essence components including trans-2-pentenal. **Journal of Food Science**, v. 38, p. 360 – 361, 1973.

MOSHONAS, M. G.; SHAW, P. E. Composition of essence oil from overripe oranges. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 27, n. 96, p. 1337– 339, 1979.

MOSHONAS, M G.; SHAW, P. E. Composition of aqueous essence and essence oil from *Citrus temple*. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 31, n. 2, p. 334-336, 1983.

MOSHONAS, M. G.; SHAW, P. E. Direct gas chromatographic analysis of aqueous and other fruit essences. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 32, n. 3, p. 526–530, 1984.

MOSHONAS, M. G.; SHAW, P. E. Flavor and compositional comparison of orange essences and essence oils produced in the United States and in Brazil. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 38, n. 3, p. 799-801, 1990a.

MOSHONAS, M.G.; SHAW, P. E. Flavor evaluation of concentrated aqueous orange essences. **Journal of Agriculture and Food Chemistry** v. 38, n. 12, p. 2181-2184, 1990b.

MOSHONAS, M. G.; SHAW, P. E. Fresh orange juice flavor: a quantitative and qualitative determination of the volatile constituents. *In*: Charalambous, G. (Ed.), **Food Flavors: Generation, Analysis and Process Influence**. Amsterdam: Elsevier Science Publishers, 1995, p. 1479-1492.

MOSKOWITZ, H. R. Product testing and sensory evaluation of foods. **Food and Human Nutrition**, Westport (EUA): Food and Nutrition Press, Inc., 605p, 1983.

NAGY, S.; RANDALL, V. Use of furfural content as an index of storage temperature abuse in commercially processed orange juice. **Journal of Agriculture and Food Chemistry** v. 21, n. 2, p. 272-275, 1973.

NAGY, S.; DINSMORE, H. L. Relationship of furfural to temperature abuse and flavor change in commercially canned single-strength orange juice. **Journal of Food Science**, v. 39, p. 1116-1119, 1974.

NAGY, S. Vitamin C content of citrus fruit and their products: a review. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 28, p. 8-18, 1980.

NAGY, S.; SHAW, P.E. Factors affecting the flavour of citrus fruit. *In*: Morton, I. D.; MacLeod, A. J. (Ed.). **Food Flavours – Part C: The Flavour of Fruits**. Amsterdam: Elsevier Publishers, 1990.

NAIM, M.; STRIEM, B. J.; KANNER, J.; PELEG, H. Potential of ferulic acid as a precursor to off-flavors in stored orange juice. **Journal of Food Science**, v. 53, n. 2, p. 500-503, 1988.

NAIM, M.; WAINISH, S.; ZEHAVID, U.; PELEG, H.; ROUSEFF, R. L. Inhibition by thiol compounds of off-flavor formation in stored orange juice. 1. Effect of L-cysteine and N-acetyl-L-cysteine on 2,5-dimethyl-4-hydroxy-3(2H)-furanone formation. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 41, p. 1355-1358, 1993.

NELSON, E. K., MOTTERN, H. H. The occurrence of citral in Florida Valencia orange oil. **Journal American Chemistry Society**, v. 56, p. 1238-1239, 1934.

NEVES, M.F.; do VAL, A.M.; MARINO, M.K. The orange network in Brazil. **Fruit Processing**, v. 12, p. 486-490, 2001.

NEWHALL, W. F.; TING, S. V. Natural antioxidants isolation and identification of α -tocopherol, a vitamin E factor, from orange flavedo. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 13, p. 281, 1965.

NJOROGE, S. M.; KOAZE, H.; MWANIKI, P.; MINH TU, N. T.; SAWAMURA, M. Essential oil of Kenyan *Citrus* fruits: volatiles components of two varieties of mandarins (*Citrus reticulata*) and a tangelo (*C. paradisi* x *C. tangerina*). **Flavour and Fragrance Journal**, v. 20, p. 74-79, 2005a.

NJOROGE, S. M.; KOAZE, H.; KARANJA, P. N.; SAWAMURA, M. Essential oil constituents of three varieties of Kenyan sweet oranges (*Citrus sinensis*). **Flavour and Fragrance Journal**, v. 20, p. 80–85, 2005b.

NOBLE, A. C. Taste-aroma interactions. **Trends in Food Science and Technology**, v. 7, p.439-444, 1996.

NORONHA, R. L. F. **A expectativa do consumidor e sua influência na aceitação e percepção sensorial de café solúvel**. 2003. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos)-Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo, 2003.

OTT, A.; FAY, L. B.; CAHINTREAU, A. Determination and origin of the aroma impact compounds of yogurt flavor. **Journal of Agriculture and Food Chemistry** v. 45, p. 850-858, 1997.

PERYAM, D. R. & GIRARDOT, N. Advanced taste-test method. **Food Engineering.**, v. 24 n. 7, p. 58-61, 194, 1952.

PETRUS, R. R.; CORRÊA NETO, R. S.; GÂNDARA, A.L.N.; FARIA, J.A.F. Sanificação de garrafas de polietileno tereftalato (PET) por agentes químicos e seu efeito residual na qualidade sensorial de suco de laranja e bebida isotônica. In: SIMPÓSIO LATINO AMERICANO DE CIÊNCIA DE ALIMENTOS, 3. **Resumos...** Campinas, 1999,p.170.

PETRUS, R. R. **Desenvolvimento de processo e avaliação de estabilidade de bebida isotônica acondicionada em garrafa plástica asséptica**. 2000. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos)-Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2000.

PETRUS, R. R.; CORRÊA NETO, R. S.; FARIA, J. A. F. GÂNDARA, A. L. N. Sanificação química de garrafas plásticas. **Higiene Alimentar**, v.5, n.80/81, p.80-90, 2001.

PETRUS, R. R.; FARIA, J. A. F.; DELBEN, L. A. S. Avaliação de conformidade das condições operacionais de uma área limpa para envase asséptico. **Higiene Alimentar**, v.17, n.112, p.22-30, 2003.

PETRUS, R. R. **Adaptação e avaliação de desempenho de sistema asséptico para leite fluido em garrafa plástica**. 2004. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos)-Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2004.

PIGGOTT, J. R.; SHARMAN, K. Method to aid interpretation of multidimensional data. In: PIGGOTT, J. R. (eds.). **Statistical Procedures in Food Research**. London: Elsevier Applied Science Publishers Ltd, 1986, p. 181-188.

PINO, J. A.; RANIVOELISOA, V.; TORRICELLA, R. Influencia de la temperatura de almacenamiento sobre la calidad del zumo de naranja envasado em frascos de vidrio. **Revista de Agroquímica y Tecnología de Alimentos**, v.27, n.2, p.261-269, 1987.

POLLIEN, P.; OTT, A.; MONTIGON, F.; BAUMGARTNER, M.; MUÑOZ-BOX, R.; CHAINTREAU, A. Hyphenated headspace-gas chromatography-sniffing technique: screening of impact odorants and quantitative aromagram comparisons. **Journal of Agriculture and Food Chemistry** v. 45, p. 2630-2637, 1997.

QUEIROZ, E. C.; MENEZES, H. C. Suco de Laranja. In: VENTURINI FILHO, W. G. (Coord.). **Tecnologia de Bebidas: matéria prima, processamento, BPF/ APPCC, legislação e mercado**. São Paulo: Edgard Blücher, 2005, p. 221–254.

RASSIS, D.; SAGUY, I. S. Kinetics of aseptic concentrated orange juice quality changes during commercial processing and storage. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 30, p. 191-198, 1995.

REDD, J. B. HENDRIX JR, C. M.; HENDRIX, D. L. **Quality Control Manual for Citrus Processing Plants**. Volume 1: Regulation, citrus methodology, microbiology, conversion charts, tables, other. Safety Harbor (EUA): Intercit, Inc. 1986, 250p.

REDD, J. B.; HENDRIX JR., C. L. Processing of natural citrus oils and flavor. *In*: Nagy, S.; Chen, C. S.; Shaw, P. E. Eds **Fruit Juice Processing Technology**. Aubundale: Agscience, 1993, p. 83-109.

ROTHER, M.; THOMAS, B. Aroma of bread. Evaluation of chemical taste analysis with the aid of threshold value. **Zeitschrift für Lebensmittel Untersuchung und-Forschung**, v. 119, 302-310, 1963.

RYMAL, K. S.; WOLFORD, R. W.; AHMED, E. M.; DENNISON, R. A. Changes in volatile flavor constituentx of canned single-strength orange juice as influenced by storage temperature. **Food Technology**, v. 22, p. 96–99, 1968.

SAS® Statistical Analysis System, SAS Institute Inc., SAS Campus Drive, Cary, North Carolina, USA. Version 8.0, 2000.

SCHLICH, P.; MCEWAN, J. A. Preference mapping – a statistical tool for the food industry. **Sciences des Aliments**, v. 12, p. 339-355, 1992.

SCHULTZ, T. H.; TERANISHI, R.; McFADDEN, W. H.; KILPATRICK, P. W.; CORSE, J. Volatiles from oranges. II. Constituents of the juice identified by mass spectra. **Journal of Food Science**, v. 29, p. 790-795, 1964.

SCHULTZ, T. H.; BLACK, D. R.; BOMBEN, J. L.; MON, T. R.; TERANISHI, R. Volatiles from oranges. 6. Constituents of the essence identified by mass spectra. **Journal of Food Science**, v. 32, p. 698-701, 1967.

SCHULTZ, T. H., FLATH, R. A. MON, T. R. Analysis of orange volatiles with vapor sampling. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 19, p. 1060-1065, 1971.

SHAW, P. E.; COLEMAN, R. L. Quantitative analysis of a highly volatile fraction from Valencia orange essence oil. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 19, n. 6, p. 1276–1278, 1971.

SHAW, P. E.; COLEMAN, R. L. Quantitative composition of cold-pressed orange oils. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 22, p. 785–787, 1974.

SHAW, P. E. Essential oils. *In*: NAGY, S.; SHAW, P. E.; VELDHUIS, M.K. Eds **Citrus Science and Technology**. Westport: Publishing Company, 1977a, p. 427–462.

SHAW, P. E. Aqueous essences. *In*: NAGY, S.; SHAW, P. E.; VELDHUIS, M. K. Eds. **Citrus Science and Technology**. Westport: Publishing Company, 1977b, p. 463-478.

SHAW, P. E.; CARTER, R. D.; MOSHONAS, M.G.; SADLER, G. Controlled atmosphere of oranges to enhance aqueous essence and essence oil. **Journal of Food Science**, v. 55, n. 6, p. 1617– 619, 1990.

SHAW, P. E. Fruits II. *In*: Maarse, H. (Ed.). **Volatile compounds in Foods and Beverages**. New York: Marcel Dekker, 1991, p. 305 -327.

SHAW, P. E.; MOSHONAS, M. G. Quantification of volatile constituents in orange juice drinks and its use for comparison with pure juices by multivariate analysis. **Lebensmittel Wissenschaft und Technologie**., v. 30, p. 497– 01, 1997.

SMITH, D. V.; MARGOLSKEE, R. F. Making sense of taste. **Scientific American**, march, p. 26–33, 2001.

SOLOMON, O.; SVANBERG, U.; SAHLSTRÖM, A. Effect of oxygen and fluorescent light on the quality of orange juice during storage at 8°C. **Food Chemistry**, v. 53, p. 363-368, 1995.

STEPHAN, A.; BUCKING, M.; STEINHART, H. Novel analytical tools for food flavours. **Food Research International**, v. 33, 199-209, 2000.

STEVENS, K. L.; LUNDIN, R. E.; TERANISHI, R. Volatiles from oranges. III. The structure of sinensal. **Journal of Organic Chemistry**, v. 30, p. 1690-1692, 1965.

STEVENS, S. S. On the psychophysical law. **The Psychological Review**, v. 64, p. 153-147, 1957.

STEVENS, S. S.; GALANTER, E. H. Ration scales and category scales for a dozen perceptual continua. **Journal of Experimental Psychology**, v. 54, p. 377-411, 1957.

STEVENS, S. S. To honor Fechner and repeal his law. **Science**, v. 133, p. 80-86, 1961.

STONE, H.; SIDEL, J. L.; OLIVIER, S.; WOOLSEY, A.; SINGLETON, R. C. Sensory evaluation quantitative description analysis. **Food Technology**, v. 28, n. 11, p. 24, 1974.

STONE, H.; SIDEL, J. L. **Sensory Evaluation Practices**. 2nd ed. Boston: Academic Press, 1993, 310p.

TERANISHI, R.; SCHULTZ, T. H.; McFADDEN, W. H.; LUNDIN, R. E.; BLACK, D. R. Volatile from oranges. 1. Hydrocarbons. Identified by infrared, nuclear magnetic resonance and mass spectra. **Journal of Food Science**, v. 28, p. 541-545, 1963.

TONDER, D.; PETERSEN, M. A.; POLL, L.; OLSEN, C. E. Discrimination between freshly made and stored reconstituted orange juice using GC odour profiling and aroma values. **Food Chemistry**, v. 61,n. 1/2, p. 223-229, 1998.

ULRICH, F.; GROSCH, W. Identification of the most intense volatile flavor compounds formed during autoxidation of linoleic acid. **Zeitschrift fur Lebensmittel Untersuchung und-Forschung**, v. 184, p. 277-282, 1987.

UNITED STATES FOOD AND DRUG ADMINISTRATION. **USFDA**. Bacteriological analytical manual, 8^a ed., Gaithersburg (EUA): AOAC International, 1998.

VAN RUTH, S. M.; ROOZEN, J. P.; POSTHUMUS, M. Instrumental and sensory evaluation of the flavour of dried French beans (*Phaseolus vulgaris*) influenced by storage conditions. **Journal of Science and Food Agriculture**, v. 69, p. 393-401, 1995.

VAN RUTH, S. M.; O'CONNOR, C. H. Evaluation of three gas chromatography-olfactometry methods: comparison of odour intensity-concentration relationships of eight volatile compounds with sensory headspace data. **Food Chemistry**, v. 74, p. 341-347, 2001.

VERZERA, A.; TROZZI, A.; DUGO, G.; DI BELLA, G.; COTRONEO, A. Biological lemon and sweet orange essential oil composition. **Flavour and Fragrance Journal**, v. 19, p. 544-548, 2004.

VILLANUEVA, N. D. M. **Avaliação do desempenho de quatro métodos de escalonamento em testes sensoriais de aceitação utilizando modelos normais aditivos de análise da variância e mapas internos de preferência**. 2003. Tese (Doutorado em Alimentos e Nutrição)-Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, São Paulo, 2003.

VORA, J. D.; MATTHEWS, R. F.; CRANDALL, P. G.; COOK, R. Preparation and chemical composition of orange oil concentrates. **Journal of Food Science**, v. 48, n. 4, p. 1197, 1983.

WAKELING, I.N.; MACFIE, H.J. Designing consumer trials balanced for first and higher orders of carry-over effect when only a subset of k samples from t may be tested. **Food Quality and Preference**, v. 6, p. 299-308, 1995.

WATERS, R. D.; KESERSON, J. W.; BRADDOCK, R. J. Method for determining the α -tocopherol content of citrus essential oils. **Journal of Food Science**, v. 41, p. 370-371, 1976.

WILL, F.; SCHOEPPLEIN, E.; LUDWIG, M.; STEIL, A.; TURNER, A.; DIETRICH, H. Analytical and sensorial alterations in orange juice after hot bottling in PET. **Deutsche Lebensmittel Rundschau**. v. 96, n. 8, p. 279-284, 2000.

WOLFORD, R. W.; ALBERDING, G. E.; ATTAWAY, J. A. Analysis of recovered natural orange essence by gas chromatography. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 10, p. 297-301, 1962.

WOLFORD, R. W.; ATTAWAY, J. A.; ALBERDING, G. E.; ATKINS, C. D. Analysis of the flavor and aroma constituents of Florida orange juices by gas chromatography. **Journal of Food Science**, v. 28, p. 320-328, 1963.

WOLFORD, R. W.; ATTAWAY, J. A. Analysis of recovered natural orange flavor enhancement materials using gas chromatography. **Journal of Agriculture and Food Chemistry**, v. 15, n. 3, p. 369-377, 1967.

TABELA 25. Níveis de significância de F , para amostra e repetição, para cada provador da equipe sensorial descritiva.

	Atributo	p	PROVADOR												
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
PA-REN-CIA	Escurecimento	p_{am}	0,3772	0,0681	0,6836	0,5187	0,4161	0,0058	0,0023	0,7432	0,3567	0,3567	0,6443	0,0833	0,5233
		p_{rep}	0,1421	0,0541	0,1880	0,0410	0,0027	0,7583	0,0001	0,1580	0,0298	0,0587	<0,0001	0,0269	0,4853
	Viscosidade	p_{am}	0,0042	0,0148	0,3238	0,2981	0,5509	0,0508	0,1039	0,2951	0,0174	0,7580	0,4101	0,4563	0,4878
		p_{rep}	<0,0001	0,0237	0,6840	0,2071	0,1300	0,0369	0,0399	0,4624	0,0075	0,0534	0,0020	0,7869	0,0769
A R O M A	Doce	p_{am}	0,2322	0,7221	0,7373	0,0790	0,0415	0,1715	0,9181	0,0515	0,5372	0,0695	0,6316	0,6096	0,7535
		p_{rep}	0,5828	0,9674	0,5765	0,0347	0,0842	0,8751	0,3850	0,2335	0,0611	0,3652	0,1766	0,8857	0,0213
	Cozido	p_{am}	0,0586	<0,0001	0,0771	0,0403	0,0016	0,5834	<0,0001	<0,0001	0,1569	0,0682	0,0236	0,0449	0,6355
		p_{rep}	0,8981	0,9788	0,5172	0,2111	0,4962	0,3326	0,2418	0,4798	0,5209	0,1847	0,5492	0,3341	0,9179
	Acido	p_{am}	0,9822	0,4879	0,2687	0,0465	0,6073	0,5654	0,5972	0,1699	0,0548	0,0899	0,2538	0,0191	0,6411
		p_{rep}	0,2058	0,2726	0,0827	0,0520	0,3927	0,6267	0,0642	0,2555	0,4833	0,5012	0,2261	0,2833	0,0089
	Casca Laranja	p_{am}	0,1331	0,0020	0,0474	0,2470	0,0452	0,1230	0,1215	0,0004	0,0498	0,7558	0,0068	0,0959	0,2857
		p_{rep}	0,0509	0,0065	0,1154	0,8601	0,3212	0,1837	0,9960	0,1495	0,7531	0,8287	0,0069	0,5528	0,0412
	Suco Velho	p_{am}	<0,0001	<0,0001	<0,0001	0,0302	0,0109	0,0057	0,0035	<0,0001	0,2790	0,0003	0,0057	<0,0001	0,7876
		p_{rep}	0,4019	0,5265	0,4582	0,3670	0,3328	0,1237	0,4880	0,4019	0,3029	0,2251	0,1572	0,6551	0,2168
G O S T O	Doce	p_{am}	0,2707	0,5757	0,2044	0,1792	0,4998	0,5781	0,9403	0,0573	0,8450	0,2271	0,5964	0,9543	0,7144
		p_{rep}	0,1057	0,4960	0,4215	0,8163	0,0164	0,1743	0,0878	0,0287	0,8967	0,0357	0,1232	0,2738	0,5228
	Acido	p_{am}	0,6473	0,2809	0,6343	0,2103	0,1300	0,5706	0,1988	0,2252	0,4838	0,0773	0,7683	0,7099	0,3916
		p_{rep}	0,5599	0,3412	0,8614	0,4767	0,1445	0,1634	0,6798	0,1338	0,8607	0,7373	0,1648	0,6578	0,0424
	Residual Amargo	p_{am}	0,9076	0,0861	0,0042	0,5814	0,0921	0,2558	0,9841	0,1453	0,4176	0,6613	0,1816	0,1440	0,2920
		p_{rep}	0,1065	0,4596	0,0520	0,9803	0,5369	0,2105	0,2904	0,0095	0,7695	0,2960	0,6172	0,6207	0,0750

TABELA 25. (Continuação) Níveis de significância de F , para amostra e repetição, para cada provador da equipe sensorial descritiva.

S A B O R	Suco	p_{am}	0,2702	0,0674	0,4677	0,1129	0,3779	0,0010	0,0002	<0,0001	0,3315	0,5435	0,0097	0,2930	0,2829
	Natural	p_{rep}	0,2705	0,3517	0,4692	0,4019	0,2935	0,3178	0,9737	0,4528	0,3186	0,6356	0,4066	0,0043	0,0041
	Cozido	p_{am}	0,0967	0,0044	0,1721	0,4924	0,0650	0,0026	0,0194	<0,0001	0,0385	0,0878	0,0436	0,4026	0,4814
		p_{rep}	0,3447	0,3468	0,4003	0,3248	0,7540	0,2025	0,8677	0,2100	0,3690	0,2061	0,2259	0,7301	0,6968
	Casca	p_{am}	0,0986	0,0292	0,2120	0,2586	0,1200	0,0020	0,1377	0,0010	0,5629	0,0217	0,1075	0,3475	0,3886
	Laranja	p_{rep}	0,0168	0,4725	0,3912	0,5990	0,2859	0,8716	0,0848	0,1393	0,9727	0,1839	0,5471	0,7713	0,2832
	Suco Velho	p_{am}	0,3554	<0,0001	<0,0001	0,1078	0,0790	0,0002	0,0011	<0,0001	0,1251	0,1333	0,0015	0,5140	0,4651
		p_{rep}	0,4019	0,4246	0,3190	0,4019	0,8113	0,3382	0,6070	0,9543	0,8422	0,6648	0,2052	0,2201	0,4019
	Picante	p_{am}	0,0292	0,0155	0,3258	0,0141	0,2500	0,0645	0,7642	0,1349	0,6345	0,8481	0,8331	0,5152	0,5456
		p_{rep}	0,0330	0,4795	0,5866	0,0007	0,0175	0,6048	0,1768	0,2362	0,4447	0,4582	0,8419	0,6994	0,0606
TEX- TURA	Corpo	p_{am}	0,1251	0,0294	0,1730	0,3122	0,0069	0,0918	0,1524	0,0143	0,2059	0,9515	0,8207	0,8665	0,1277
		p_{rep}	0,2071	0,3553	0,2029	0,2156	0,9561	0,4258	0,0406	0,6874	0,5308	0,3434	0,75090	0,0009	0,5220

p_{am} e p_{rep} : Níveis de significância de F , para amostra e repetição, respectivamente; $p_{am} = 0,50$ indica suficiente poder discriminativo do provador para aquele atributo; $p_{rep} > 0,05$ indica suficiente repetibilidade do provador naquele atributo.

TABELA 26. Médias de intensidade dos atributos sensoriais, atribuídas por cada provador a seleção da equipe sensorial.

Atributo		p _{a x p}	Amostra	Média Geral	PROVADOR*												
					1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
A P A R Ê N C I A	Escurecimento	0,8306	A	2,1 ^a	0,4 ^a	0,0 ^a	4,4 ^a	1,6 ^a	3,4 ^a	1,9 ^a	3,5 ^{ab}	0,2 ^b	0,6 ^a	4,2 ^a	3,9 ^a	4,1 ^a	0,0 ^a
			B	2,2 ^a	0,0 ^a	0,0 ^a	4,5 ^a	2,3 ^a	3,4 ^a	1,4 ^a	5,0 ^a	0,2 ^b	0,5 ^a	5,7 ^a	4,5 ^a	1,1 ^a	0,0 ^a
			C	2,0 ^a	0,3 ^a	0,0 ^a	3,4 ^a	1,3 ^a	2,6 ^a	3,6 ^a	5,8 ^a	0,7 ^b	0,4 ^a	5,0 ^a	3,2 ^a	1,1 ^a	0,0 ^a
			D	2,2 ^a	0,3 ^a	0,3 ^a	5,1 ^a	1,1 ^a	2,3 ^a	2,5 ^a	4,4 ^a	0,4 ^b	0,5 ^a	4,9 ^a	4,6 ^a	1,0 ^a	0,0 ^a
			H	1,8 ^a	0,0 ^a	0,3 ^a	4,8 ^a	0,2 ^a	1,9 ^a	0,9 ^a	0,6 ^b	3,1 ^a	0,0 ^a	3,8 ^a	3,3 ^a	0,4 ^a	0,2 ^a
			F	1,8 ^a	0,0 ^a	0,2 ^a	2,4 ^a	0,1 ^a	2,3 ^a	1,6 ^a	2,7 ^{ab}	0,5 ^b	0,4 ^a	5,8 ^a	4,6 ^a	1,3 ^a	0,0 ^a
	Viscosidade	0,9923	A	5,5 ^a	4,2 ^{ab}	6,6 ^{ab}	6,2 ^a	4,4 ^a	4,2 ^a	5,7 ^a	5,8 ^a	4,8 ^a	6,3 ^{ab}	5,4 ^a	6,2 ^a	6,2 ^a	7,1 ^a
			B	5,9 ^a	6,6 ^a	6,8 ^a	6,3 ^a	6,3 ^a	4,1 ^a	6,6 ^a	7,4 ^a	5,2 ^a	6,5 ^{ab}	4,7 ^a	6,0 ^a	4,9 ^a	7,7 ^a
			C	5,8 ^a	5,9 ^a	7,0 ^a	6,2 ^a	5,6 ^a	4,7 ^a	5,2 ^a	6,5 ^a	6,3 ^a	6,7 ^{ab}	5,4 ^a	5,2 ^a	6,5 ^a	7,8 ^a
			D	6,2 ^a	6,4 ^a	7,4 ^a	7,0 ^a	6,0 ^a	4,3 ^a	6,5 ^a	7,7 ^a	4,9 ^a	7,2 ^a	5,9 ^a	6,3 ^a	4,3 ^a	8,2 ^a
			H	3,7 ^b	2,8 ^b	4,7 ^b	2,7 ^a	2,9 ^a	3,2 ^a	1,8 ^a	4,3 ^a	4,2 ^a	5,1 ^b	4,7 ^a	4,6 ^a	2,9 ^a	7,1 ^a
			F	5,5 ^a	6,6 ^a	6,0 ^{ab}	6,5 ^a	5,4 ^a	4,8 ^a	3,9 ^a	6,7 ^a	5,5 ^a	5,8 ^{ab}	5,1 ^a	5,3 ^a	3,0 ^a	8,3 ^a
A R O M A	Doce	0,3396	A	3,7 ^{ab}	2,1 ^a	3,4 ^a	2,6 ^a	3,1 ^a	6,7 ^{ab}	5,2 ^a	6,6 ^a	5,5 ^{ab}	5,7 ^a	2,3 ^a	1,9 ^a	6,0 ^a	5,1 ^a
			B	5,5 ^a	6,1 ^a	3,7 ^a	4 ^a	4,7 ^a	5,8 ^{ab}	6,6 ^a	7,4 ^a	9,0 ^a	6,2 ^a	5,7 ^a	3,0 ^a	5,2 ^a	5,4 ^a
			C	4,5 ^{ab}	5,3 ^a	2,4 ^a	1,6 ^a	6,9 ^a	6 ^{ab}	5,2 ^a	6,6 ^a	8,2 ^{ab}	1,9 ^a	3,6 ^a	4,1 ^a	5,2 ^a	5,2 ^a
			D	4,8 ^{ab}	4,8 ^a	3,1 ^a	4,1 ^a	5,2 ^a	4,8 ^b	6,5 ^a	6,2 ^a	4,9 ^{ab}	5,0 ^a	3,5 ^a	4,2 ^a	6,3 ^a	4,7 ^a
			H	3,5 ^b	2,4 ^a	5,4 ^a	1,7 ^a	3,1 ^a	5,4 ^{ab}	1,5 ^a	7,3 ^a	2,7 ^b	4,1 ^a	5,0 ^a	4,1 ^a	2,8 ^a	4,8 ^a
			F	4,4 ^{ab}	3,4 ^a	1,0 ^a	4,7 ^a	3,0 ^a	7,5 ^a	5,1 ^a	6,9 ^a	5,8 ^{ab}	5,0 ^a	4,8 ^a	3,9 ^a	6,1 ^a	5,5 ^a
	Cozido	0,0068	A	2,5 ^b	2,3 ^{ab}	4,0 ^b	0,1 ^a	0,2 ^{ab}	6,4 ^{abc}	6,1 ^a	7,7 ^a	2,4 ^b	1,1 ^a	3,6 ^a	1,1 ^{ab}	3,9 ^{ab}	2,0 ^a
			B	1,7 ^{bc}	2,0 ^{ab}	2,0 ^{bc}	0,5 ^a	0,5 ^{ab}	4,1 ^{bcd}	4,0 ^a	3,6 ^b	0,0 ^c	1,0 ^a	3,2 ^a	0,0 ^b	5,9 ^{ab}	4,1 ^a
			C	1,2 ^d	0,2 ^b	1,1 ^c	0,1 ^a	0,0 ^b	3,2 ^d	5,7 ^a	1,9 ^b	0,0 ^c	0,0 ^a	1,9 ^a	0,4 ^{ab}	5,5 ^{ab}	2,8 ^a
			D	2,3 ^{bc}	3,7 ^{ab}	1,1 ^c	0,1 ^a	0,1 ^{ab}	3,5 ^{cd}	5,8 ^a	7,9 ^a	0,6 ^{bc}	4,5 ^a	2,1 ^a	1,4 ^a	4,5 ^a	2,5 ^a
			H	5,7 ^a	7,3 ^a	8,2 ^a	3,1 ^a	3,8 ^a	7,7 ^a	8,4 ^a	8,4 ^a	5,2 ^a	5,5 ^a	5,3 ^a	2,4 ^a	8,3 ^a	5,2 ^a
			F	1,8 ^{cd}	0,9 ^{ab}	0,4 ^c	0,3 ^a	0,3 ^{ab}	6,9 ^{ab}	5,0 ^a	0,7 ^b	0,0 ^c	2,0 ^a	2,0 ^a	0,5 ^{ab}	3,3 ^b	2,9 ^a

TABELA 26. (Continuação) Médias de intensidade dos atributos sensoriais, atribuídas por cada provador na seleção da equipe sensorial.

A R O M A	Ácido	0,3412	A	3,1 ^{ab}	1,3 ^a	3,9 ^a	4,3 ^a	0,9 ^b	4,5 ^a	2,9 ^a	4,9 ^a	5,0 ^a	0,0 ^a	5,0 ^a	2,5 ^a	2,9 ^{ab}	4,8 ^a
			B	3,2 ^a	1,6 ^a	3,7 ^a	5,3 ^a	1,4 ^{ab}	4,3 ^a	1,0 ^a	4,0 ^a	4,1 ^a	1,0 ^a	4,1 ^a	5,6 ^a	6,3 ^a	5,7 ^a
			C	3,4 ^a	1,2 ^a	2,9 ^a	2,1 ^a	5,5 ^a	4,6 ^a	3,3 ^a	4,3 ^a	6,1 ^a	0,3 ^a	4,2 ^a	4,2 ^a	2,2 ^{ab}	4,5 ^a
			D	2,8 ^{ab}	1,5 ^a	4,1 ^a	3,8 ^a	2,1 ^{ab}	3,6 ^a	0,7 ^a	3,9 ^a	4,2 ^a	0,2 ^a	4,2 ^a	3,4 ^a	2,9 ^{ob}	4,2 ^a
			H	2,0 ^b	0,9 ^a	2,6 ^a	2,1 ^a	2,0 ^{ab}	2,7 ^a	0,3 ^a	2,7 ^a	2,1 ^a	0 ^a	2,6 ^a	4,7 ^a	1,5 ^b	4,7 ^a
			F	3,1 ^a	1,9 ^a	5,9 ^a	0,7 ^a	2,0 ^{ab}	4,2 ^a	1,3 ^a	5,2 ^a	4,8 ^a	2,1 ^a	3,5 ^a	4,6 ^a	5,3 ^{ab}	5,1 ^a
	Casca de Laranja	0,0957	A	3,4 ^{bc}	4,7 ^a	3,8 ^{ab}	6,1 ^a	3,4 ^a	4,2 ^{ab}	2,9 ^a	3,2 ^a	3,8 ^{bc}	1,7 ^a	3,3 ^a	1,2 ^b	2,3 ^a	6,7 ^a
			B	4,8 ^b	3,3 ^a	7,9 ^a	6,9 ^a	1,9 ^a	5,8 ^a	2,9 ^a	5,0 ^a	6,5 ^{ab}	4,3 ^a	4,4 ^a	4,1 ^a	4,0 ^a	6,1 ^a
			C	4,9 ^b	2,1 ^a	5,4 ^a	7,4 ^a	2,9 ^a	4,6 ^{ab}	4,1 ^a	4,7 ^a	7,4 ^a	7,4 ^a	3,4 ^a	4,4 ^a	4,0 ^a	5,4 ^a
			D	3,8 ^{cd}	1,9 ^a	5,1 ^{ab}	4,5 ^a	2,9 ^a	3,9 ^{ab}	5,2 ^a	1,0 ^a	5,4 ^{ab}	2,7 ^a	3,5 ^a	2,4 ^{ab}	3,0 ^a	3,4 ^a
			H	2,0 ^d	3,0 ^a	0,9 ^b	1,3 ^a	1,0 ^a	2,3 ^b	0 ^a	1,1 ^a	1,4 ^c	3,2 ^a	3,0 ^a	3,6 ^{ab}	0,9 ^a	6,3 ^a
			F	6,4 ^a	6,2 ^a	7,7 ^a	7,1 ^a	6,2 ^a	4,2 ^{ab}	6,8 ^a	7,3 ^a	8,1 ^a	7,9 ^a	5,1 ^a	4,7 ^a	6,4 ^a	5,0 ^a
	Suco velho	<0,0001	A	0,8 ^b	0,0 ^b	2,4 ^b	0,0 ^b	0,0 ^b	0,8 ^{ab}	0,0 ^b	3,0 ^{ba}	0,4 ^b	2,4 ^a	1,9 ^b	0,2 ^b	0,7 ^b	0,0 ^a
			B	0,5 ^b	0,0 ^b	0,2 ^b	0,0 ^b	0,0 ^b	0,4 ^b	0,0 ^b	1,1 ^b	0,0 ^b	0,5 ^a	0,9 ^b	2,8 ^{ab}	1,5 ^b	0,1 ^a
			C	0,5 ^b	0,0 ^b	0,0 ^b	0,0 ^b	0,0 ^b	0,3 ^b	2,6 ^{ab}	0,3 ^b	0,0 ^b	0,0 ^a	1,7 ^b	0,1 ^b	0,5 ^b	0,1 ^a
			D	0,6 ^b	0,0 ^b	0,8 ^b	0,0 ^b	0,2 ^{ab}	0,2 ^b	2,6 ^{ab}	3,2 ^{ab}	0,0 ^b	0,3 ^a	1,1 ^b	0,4 ^b	0,8 ^b	0,0 ^a
			H	5,5 ^a	4,5 ^a	7,2 ^a	7,6 ^a	4,6 ^a	3,1 ^a	8,9 ^a	8,1 ^a	9,0 ^a	1,2 ^a	4,9 ^a	4,1 ^a	6,4 ^a	0,1 ^a
			F	0,5 ^b	0,0 ^b	0,3 ^b	0,0 ^b	0,0 ^b	1,1 ^{ab}	0,0 ^b	0,6 ^b	0,0 ^b	0,6 ^a	1,5 ^b	1,9 ^{ab}	0,8 ^b	0,1 ^a
G O S T O	Doce	0,9692	A	4,6 ^a	2,7 ^a	5,8 ^a	5,1 ^a	3,0 ^a	5,7 ^a	5,1 ^a	8,2 ^a	5,2 ^a	2,8 ^a	5,2 ^a	5,5 ^a	5,2 ^a	5,2 ^a
			B	3,9 ^{ab}	3,2 ^a	4,8 ^a	2,5 ^a	3,5 ^a	3,1 ^a	6,9 ^a	7,7 ^a	4,1 ^a	3,0 ^a	4,5 ^a	3,6 ^a	3,5 ^a	5,7 ^a
			C	4,6 ^a	3,5 ^a	5,4 ^a	5,1 ^a	5,6 ^a	6,2 ^a	4,2 ^a	8,3 ^a	4,5 ^a	0,6 ^a	5,8 ^a	4,8 ^a	3,6 ^a	4,8 ^a
			D	4,7 ^a	2,2 ^a	4,9 ^a	5,4 ^a	6,0 ^a	4,1 ^a	4,8 ^a	8,0 ^a	7,6 ^a	2,2 ^a	5,6 ^a	4,4 ^a	4,4 ^a	3,5 ^a
			H	2,5 ^b	0,7 ^a	1,1 ^a	1,0 ^a	1,1 ^a	4,0 ^a	3,3 ^a	7,6 ^a	4,9 ^a	1,0 ^a	3,5 ^a	4,3 ^a	4,4 ^a	5,4 ^a
			F	4,4 ^a	3,4 ^a	5,0 ^a	2,8 ^a	3,9 ^a	4,4 ^a	6,0 ^a	8,0 ^a	6,1 ^a	3,5 ^a	5,1 ^a	3,6 ^a	4,8 ^a	5,6 ^a

TABELA 26. (Continuação) Médias de intensidade dos atributos sensoriais, atribuídas por cada provador na seleção da equipe sensorial.

GOSTO	Ácido	0,5354	A	4,3 ^{ab}	6,7 ^a	2,4 ^a	5,1 ^a	3,0 ^a	5,5 ^a	2,7 ^a	5,7 ^a	3,5 ^a	5,4 ^a	2,6 ^a	4,8 ^a	4,2 ^a	6,8 ^a
			B	5,2 ^a	5,3 ^a	2,4 ^a	6,8 ^a	6,0 ^a	7,0 ^a	4,8 ^a	5,5 ^a	5,5 ^a	5,2 ^a	4,3 ^a	5,1 ^a	3,7 ^a	6,4 ^a
			C	4,6 ^{ab}	3,9 ^a	2,9 ^a	4,1 ^a	6,4 ^a	4,3 ^a	4,2 ^a	7,8 ^a	5,2 ^a	4,6 ^a	4,7 ^a	5,3 ^a	2,2 ^a	6,3 ^a
			D	4,6 ^{ab}	5,0 ^a	3,5 ^a	3,4 ^a	5,3 ^a	6,3 ^a	3,6 ^a	5,9 ^a	4,8 ^a	3,4 ^a	4,7 ^a	5,7 ^a	4,3 ^a	5,5 ^a
			H	3,8 ^b	5,2 ^a	0,6 ^a	2,7 ^a	5,7 ^a	6,3 ^a	2,5 ^a	3,4 ^a	3,2 ^a	1,0 ^a	4,9 ^a	5,9 ^a	2,2 ^a	5,6 ^a
			F	4,7 ^a	5 ^a	4,3 ^a	4,8 ^a	3,9 ^a	7,3 ^a	1,7 ^a	7,8 ^a	4,6 ^a	4,4 ^a	5,5 ^a	6 ^a	4,3 ^a	7,0 ^a
	Residual Amargo	0,0510	A	3,6 ^a	4,1 ^a	5,8 ^a	1,6 ^a	6,8 ^a	4,3 ^a	0,9 ^a	5,0 ^a	1,3 ^a	3,8 ^a	4,1 ^a	2,4 ^a	0,7 ^a	0,3 ^a
			B	4,3 ^a	6,5 ^a	7,2 ^a	2,9 ^{ab}	7,4 ^a	4,1 ^a	0,0 ^a	5,5 ^a	3,5 ^a	6,9 ^a	3,0 ^a	1,6 ^a	3,3 ^a	2,9 ^a
			C	4,2 ^a	6,0 ^a	6,5 ^a	0 ^b	5,8 ^a	2,5 ^a	3,6 ^a	4,5 ^a	4,1 ^a	8,0 ^a	4,3 ^a	1,4 ^a	0,8 ^a	1,0 ^a
			D	3,6 ^a	4,5 ^a	4,7 ^a	1,9 ^a	7,1 ^a	2,9 ^a	0,0 ^a	5,0 ^a	2,8 ^a	6,3 ^a	4,4 ^a	1,3 ^a	1,1 ^a	0,7 ^a
			H	4,4 ^a	5,0 ^a	1,9 ^a	8,1 ^a	6,5 ^a	6,2 ^a	0,0 ^a	4,9 ^a	3,1 ^a	5,4 ^a	3,4 ^a	4,8 ^a	0,5 ^a	0,3 ^a
			F	4,3 ^a	4,9 ^a	4,4 ^a	1,4 ^b	8,3 ^a	4,5 ^a	1,9 ^a	4,0 ^a	5,2 ^a	5,2 ^a	3,5 ^a	3,1 ^a	4,8 ^a	3,4 ^a
SABOR	Suco Natural	<0,0001	A	3,4 ^a	5,6 ^a	3,1 ^a	3,4 ^a	0,0 ^a	1,3 ^a	7,8 ^a	1,2 ^c	6,4 ^a	0,8 ^a	2,5 ^a	4,9 ^{ab}	5,3 ^a	3,7 ^a
			B	3,3 ^a	1,9 ^a	2,4 ^a	1,9 ^a	0,0 ^a	2,7 ^a	6,9 ^a	5,4 ^{ab}	7,0 ^a	1,5 ^a	3,4 ^a	5,7 ^a	2,9 ^a	3,1 ^a
			C	3,8 ^a	4,5 ^a	2,7 ^a	3,9 ^a	0,6 ^a	2,9 ^a	7,2 ^a	5,6 ^{ab}	6,1 ^a	0,4 ^a	3,3 ^a	6,5 ^a	3,6 ^a	2,3 ^a
			D	3,0 ^a	1,8 ^a	1,7 ^a	4,2 ^a	0,0 ^a	2,4 ^a	5,7 ^a	2,4 ^{bc}	6,3 ^a	0,6 ^a	2,0 ^a	5,7 ^a	4,5 ^a	2,4 ^a
			H	0,6 ^b	0,9 ^a	0,1 ^a	0 ^a	0,0 ^a	0,4 ^a	0,0 ^b	0,7 ^c	0,0 ^b	0,7 ^a	2,6 ^a	1,1 ^b	3,0 ^a	3,6 ^a
			F	3,5 ^a	5,3 ^a	2,5 ^a	3,1 ^a	0,0 ^a	0,7 ^a	7,6 ^a	7,7 ^a	7,8 ^a	0,5 ^a	3,1 ^a	4,2 ^{ab}	4,9 ^a	2,2 ^a
	Cozido	0,0011	A	1,9 ^b	0,0 ^a	3,8 ^b	0,1 ^a	0,0 ^a	6,7 ^a	0,3 ^b	6,9 ^{ab}	1,0 ^b	1,9 ^{ab}	3,9 ^a	1,1 ^{ab}	2,9 ^a	4,8 ^a
			B	1,5 ^b	1,1 ^a	4,9 ^{ab}	0,0 ^a	0,0 ^a	4,4 ^a	1,6 ^b	3,7 ^{ab}	0,0 ^b	0,4 ^{ab}	2,2 ^a	0,1 ^{ab}	4,2 ^a	4,8 ^a
			C	1,4 ^b	0,0 ^a	4,0 ^b	0,0 ^a	0,1 ^a	5,3 ^a	1,3 ^b	3,5 ^{ab}	0,2 ^b	0,0 ^b	2,7 ^a	0,0 ^b	5,8 ^a	4,2 ^a
			D	1,9 ^b	2,1 ^a	4,6 ^{ab}	0,0 ^a	0,0 ^a	4,0 ^a	2,6 ^b	6,6 ^{ab}	1,3 ^b	0,3 ^{ab}	4,2 ^a	0,2 ^{ab}	2,5 ^a	3,6 ^a
			H	4,9 ^a	4,3 ^a	7 ^a	2,8 ^a	1,8 ^a	7,3 ^a	8,7 ^a	8,4 ^a	5,6 ^a	5,7 ^a	3,3 ^a	3,1 ^a	4,7 ^a	5,8 ^a
			F	1,9 ^b	0,5 ^a	2,5 ^b	0,2 ^a	0,3 ^a	7,9 ^a	2,7 ^b	1,7 ^b	0,3 ^b	0,8 ^{ab}	3,3 ^a	0,9 ^{ab}	0,8 ^a	4,7 ^a

TABELA 26. (Continuação) Médias de intensidade dos atributos sensoriais, atribuídas por cada provador na seleção da equipe sensorial.

S A B O R	Casca de Laranja	0,2248	A	5,2 ^c	5,2 ^a	4,5 ^{ab}	5 ^a	7,5 ^a	4,8 ^a	5,6 ^a	5,2 ^a	5 ^{ab}	4,3 ^a	2,5 ^b	6,3 ^a	3,9 ^a	7,4 ^a
			B	6,6 ^a	6,5 ^a	7,1 ^a	6,7 ^a	7,6 ^a	6,8 ^a	7,0 ^a	5,8 ^a	5,3 ^{ab}	6,9 ^a	5,2 ^a	5,8 ^a	7,1 ^a	8,0 ^a
			C	6,0 ^{abc}	5,8 ^a	6,4 ^a	6,5 ^a	7,1 ^a	4,2 ^a	6,7 ^a	7,0 ^a	5,6 ^{ab}	7,9 ^a	3,6 ^{ab}	6,4 ^a	4,1 ^a	6,7 ^a
			D	5,3 ^{bc}	4,0 ^a	5,3 ^{ab}	6 ^a	5,9 ^a	7,0 ^a	7,0 ^a	4,2 ^a	3,8 ^{ab}	6,4 ^a	3,3 ^{ab}	6,0 ^a	4,2 ^a	5,9 ^a
			H	3,2 ^d	5,0 ^a	0,3 ^b	1,6 ^a	6,9 ^a	2,8 ^a	0,3 ^b	3,0 ^a	1,5 ^c	5,6 ^a	3,4 ^{ab}	2,9 ^a	1,5 ^a	6,3 ^a
			F	6,4 ^{ab}	7,0 ^a	6,4 ^{ab}	4,5 ^a	8,8 ^a	5,4 ^a	6,7 ^a	7,1 ^a	7,6 ^a	7,7 ^a	4,6 ^{ab}	6,1 ^a	4,4 ^a	7,6 ^a
	Suco velho	<0,0001	A	0,6 ^b	0,0 ^a	0,1 ^b	0,0 ^b	0,0 ^a	1,3 ^a	0,0 ^b	3,1 ^b	0,1 ^b	1,1 ^a	2,7 ^a	0,0 ^b	0,2 ^a	0,0 ^a
			B	0,5 ^b	0,0 ^a	0,4 ^b	0,0 ^b	0,0 ^a	0,8 ^a	0,0 ^b	0,2 ^b	0,0 ^b	0,0 ^a	2,1 ^a	0,4 ^b	2,8 ^a	0,1 ^a
			C	0,3 ^b	0,0 ^a	0,2 ^b	0,0 ^b	0,0 ^a	0,8 ^a	0,0 ^b	0,2 ^b	0,0 ^b	0,0 ^a	2,0 ^a	0,0 ^b	1,4 ^a	0,0 ^a
			D	0,6 ^b	0,0 ^a	0,4 ^b	0,0 ^b	0,0 ^a	0,4 ^a	2,1 ^b	2,1 ^b	0,4 ^b	0,0 ^a	2,7 ^a	0,0 ^b	0,3 ^a	0,0 ^a
			H	4,6 ^a	2,8 ^a	6,8 ^a	8,5 ^a	1,7 ^a	3,7 ^a	8,6 ^a	7,8 ^a	8,3 ^a	2,4 ^a	4,5 ^a	4,3 ^a	0,8 ^a	0,0 ^a
			F	0,4 ^b	0,0 ^a	0,1	0,0 ^b	0,0 ^a	1,4 ^a	0,0 ^b	0,7 ^a	0,0 ^b	0,1 ^a	1,7 ^a	0,9 ^b	0,1 ^a	0,0 ^a
	Picante	0,6216	A	4,6 ^{ab}	2,8 ^b	4,9 ^{ab}	0,7 ^a	5,2 ^{ab}	7,1 ^a	6,4 ^a	7,1 ^a	4,3 ^a	1,3 ^a	4,8 ^a	5,1 ^a	4,3 ^a	5,5 ^a
			B	5,5 ^a	6,5 ^{ab}	7,6 ^a	0,3 ^a	8,1 ^a	5,8 ^a	6,2 ^a	6,4 ^a	5,7 ^a	3,5 ^a	4,9 ^a	5,5 ^a	4,6 ^a	6,1 ^a
			C	4,8 ^{ab}	4,5 ^{ab}	6,5 ^a	0,3 ^a	3,8 ^b	5,5 ^a	6,3 ^a	6,9 ^a	3,7 ^a	3,2 ^a	5,1 ^a	5,8 ^a	5,8 ^a	4,7 ^a
			D	5,0 ^{ab}	7,1 ^a	6,0 ^{ab}	2,6 ^a	3,8 ^b	6,6 ^a	6,0 ^a	5,8 ^a	4,9 ^a	1,5 ^a	5,0 ^a	5,9 ^a	4,4 ^a	4,8 ^a
			H	3,8 ^b	7,1 ^a	0,9 ^b	0,1 ^a	5,6 ^{ab}	7,3 ^a	0,7 ^a	5,5 ^a	4,1 ^a	2,9 ^a	4,6 ^a	4,7 ^a	1,9 ^a	4,7 ^a
			F	5,6 ^a	6 ^{ab}	6,7 ^a	3,7 ^a	2,6 ^a	7,8 ^a	5,2 ^a	8,0 ^a	7,1 ^a	3,0 ^a	6,3 ^a	6,3 ^a	3,0 ^a	6,9 ^a
T E X T U R A	Corpo	0,0840	A	4,7 ^a	5,4 ^a	5,3 ^{ab}	5,4 ^a	4,1 ^a	4,5 ^{ab}	6,0 ^a	7,0 ^a	5,8 ^a	2,0 ^a	5,2 ^a	4,0 ^a	4,2 ^a	2,1 ^a
			B	4,5 ^a	4,5 ^a	6,4 ^{ab}	3,5 ^a	4,8 ^a	3,6 ^b	5,1 ^a	7,1 ^a	5,2 ^a	2,4 ^a	5,4 ^a	3,6 ^a	5,3 ^a	1,7 ^a
			C	4,3 ^a	5,0 ^a	5,4 ^{ab}	4,5 ^a	4,1 ^a	3,1 ^a	6,0 ^a	6,7 ^a	5,1 ^{ab}	1,9 ^a	4,9 ^a	3,4 ^a	5,2 ^a	1,4 ^a
			D	5,1 ^a	3,7 ^a	6,8 ^a	6,3 ^a	5,4 ^a	4,1 ^{ba}	7,2 ^a	8,2 ^a	5,2 ^a	2,8 ^a	5,6 ^a	4,3 ^a	4,0 ^a	2,9 ^a
			H	3,2 ^b	2,2 ^a	2,8 ^b	1,4 ^a	0,8 ^a	6,3 ^a	3,7 ^a	5,6 ^a	2,7 ^b	2,0 ^a	5,0 ^a	3,0 ^a	5,4 ^a	1,1 ^a
			F	5,0 ^a	5,5 ^a	6,4 ^a	5,7 ^a	5,4 ^a	4,9 ^{ba}	7,1 ^a	5,5 ^a	5,5 ^a	2,7 ^a	5,5 ^a	4,1 ^a	4,8 ^a	1,7 ^a

p_{a x p}: nível de significância da interação amostra x provador; * Média com letras em comum numa mesma coluna (para cada atributo) indicam amostras que não diferem significativamente entre si, a p ≤ 0,05.

ANEXO 3

TABELA 27. Médias do *score* cor das formulações de suco de laranja pronto para beber A, B, C e D.

Formulação	Tempo de Armazenamento (dias)				
	0	20	40	60	90
Score Cor (USDA)					
A1	36,2	36,3	36,9	37,1	*
A2	36,1	36,0	36,7	37,5	*
A3	36,0	36,3	36,8	37	*
B	36,2	36,5	*	---	---
C	36,1	36,6	36,9	37,2	37,5
D	36,2	36,5	37,2	37,2	36,8

* amostra eliminada dos testes por ter atingido média de aceitação igual ou inferior a 5, no período anterior, em pelo menos um atributo hedônico avaliado.