

**UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA**  
**CENTRO DE TECNOLOGIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E**  
**TECNOLOGIA DE ALIMENTOS**

**LINCOLN PONTES VAZ**

**CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E SENSORIAL DE**  
**MANTEIGA DA TERRA DURANTE ARMAZENAMENTO**  
**CONTROLADO**

**JOÃO PESSOA - PB**

**2015**

**LINCOLN PONTES VAZ**

**CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E SENSORIAL DE  
MANTEIGA DA TERRA DURANTE ARMAZENAMENTO  
CONTROLADO**

**JOÃO PESSOA - PB**

**2015**

**LINCOLN PONTES VAZ**

**CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E SENSORIAL DE  
MANTEIGA DA TERRA DURANTE ARMAZENAMENTO  
CONTROLADO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Centro de Tecnologia, Universidade Federal da Paraíba, em cumprimento aos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

**Orientador: Prof. Dr. Ricardo Targino Moreira**

**Coorientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Esmeralda Paranhos dos Santos**

**JOÃO PESSOA - PB**

**2015**

V393c Vaz, Lincoln Pontes.  
Caracterização físico-química e sensorial de manteiga da  
terra durante armazenamento controlado / Lincoln Pontes Vaz.-  
João Pessoa, 2015.  
74f. : il.  
Orientador: Ricardo Targino Moreira  
Coorientadora: Esmeralda Paranhos dos Santos  
Dissertação (Mestrado) - UFPB/CT  
1. Tecnologia de alimentos. 2. Gordura anidra do leite.  
3. Manteiga de garrafa. 4. Rancificação. 5. Teste de estufa.  
6. Análise descritiva quantitativa.

UFPB/BC

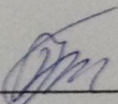
CDU: 664(043)

**LINCOLN PONTES VAZ**

**CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E SENSORIAL DE MANTEIGA DA  
TERRA DURANTE ARMAZENAMENTO CONTROLADO**

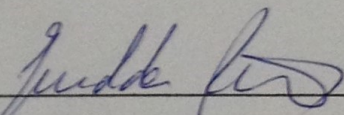
Dissertação aprovada em: 27 / 11 / 2015

**BANCA EXAMINADORA**



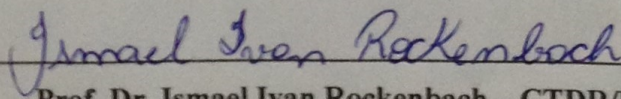
---

**Prof. Dr. Ricardo Targino Moreira – PPGCTA/CT/UFPB**  
**Orientador**



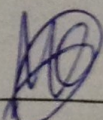
---

**Prof.ª Dr.ª Esmeralda Paranhos dos Santos – CT/UFPB**  
**Coorientadora**



---

**Prof. Dr. Ismael Ivan Rockenbach – CTDR/UFPB**  
**Membro externo**



---

**Prof.ª Dr.ª Marta Maria da Conceição – PPGCTA/CTDR/UFPB**  
**Membro interno**

**JOÃO PESSOA - PB**

**2015**

Aos meus pais, esposa, irmãs,  
sobrinhos, tias, primos e a  
todas as outras pessoas de  
bom coração.

**Dedico!**

## AGRADECIMENTOS

Ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos e a todo o corpo docente e à secretária, Lindalva, pelo apoio, compreensão e dedicação prestados.

Aos meus orientadores, Dr. Ricardo Targino Moreira e Dra. Esmeralda Paranhos dos Santos, pela excelente orientação, pela oportunidade, pela paciência, pelo incentivo, pela cobrança, confiança e pelo exemplo de profissionais competentes e de boa alma que são.

À minha mãe, Graça, e ao meu pai, Vaz, pelos exemplos de honestidade, perseverança, amor, dedicação aos filhos e, sobretudo, pela educação e oportunidades que me foram prestadas ao longo de minha vida. Amo demais!

À minha esposa, Aryana Soares, por todo o amor, incentivo, paciência, dedicação, amizade e compreensão quanto às minhas ausências. Amo demais!

Às minhas irmãs, Kalessa e Kalyandra, pelos grandes exemplos de mulheres que são e aos meus sobrinhos Augusto, que me proporciona tanta alegria, e Vicente, que nasceu 3 meses antes do tempo para não ficar de fora dos agradecimentos. A Tia Mazé, por ser muito mais que uma tia para mim, e a Cicília pelo companheirismo e por colocar duas pessoas tão importantes em minha vida: Arthur e Laís, meus sobrinhos de coração. Amo demais!

Aos que me ajudaram nas análises, em especial os bolsistas: Roberto Kelwin, Beatriz e Rafael. E, não menos importantes, obrigado também a Gilvandro, Katharina, Leanderson, Ana Rita, Darlinne, Sérgio, entre outros, que, além da ajuda, torceram pelo meu sucesso.

Aos julgadores que participaram de cada uma das árduas etapas da análise sensorial e que, sem eles, essa pesquisa não seria viável.

À banca examinadora: Prof. Dr. Ismael Ivan Rockenbach e Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Marta Maria da Conceição pela disponibilidade e pelas preciosas sugestões.

Aos familiares e funcionários do Restaurante Feijão Maravilha, que me acompanham desde o início de minha jornada profissional.

À minha turma de mestrado, em especial Suênia, Samara, Edilza, Taliana e Narciza, por, em algum momento, terem me ajudado na realização deste trabalho.

À minha turma da graduação, exemplos de pessoas, e, em especial, a Sonnelle (vulgo Sonnallonne), o impulso que faltava na realização da ADQ e finalização do trabalho. Obrigado!

À empresa de laticínios que abriu as portas para eu elaborar a manteiga da terra.

Aos professores Dra. Marta Suely Madruga e Dr. Flávio Luiz Honorato da Silva, pelo apoio à realização das análises e pelos conhecimentos compartilhados.

A todos que, de alguma forma, contribuíram para a realização deste trabalho.

## RESUMO

A manteiga da terra é um produto característico da região nordeste brasileira e consiste de uma forma de gordura anidra proveniente do leite de vaca. Este produto é susceptível às rancificações hidrolítica e oxidativa, responsáveis por alterações sensoriais indesejáveis, diminuição na qualidade nutricional e impacto econômico para a indústria. Neste estudo, foram avaliadas a estabilidade térmica e alterações nos perfis físico-químicos e sensoriais durante o armazenamento em temperaturas de 5, 30, 45 e 60°C nos tempos 0, 14, 28, 42 e 56 dias. Nas análises físico-químicas, foram realizadas a composição centesimal e o perfil de ácidos graxos no tempo inicial e a avaliação dos efeitos do armazenamento nos parâmetros de acidez, índice de peróxidos, valor de TBARS e cor objetiva. Com estes dados, foram estimados a energia de ativação e o período de indução da amostra. Foram realizadas análises microbiológicas para coliformes a 35 e a 45°C. A Análise Descritiva Quantitativa (ADQ) foi utilizada na avaliação sensorial dos atributos: aparência (cor amarela, opacidade, homogeneidade e viscosidade visual), odor (característico de manteiga da terra e de ranço), sabor (característico de manteiga da terra, ácido e de ranço) e textura (viscosidade e granulabilidade). A manteiga da terra elaborada atendeu aos parâmetros estabelecidos pela legislação com resultados de 98,96% de matéria gorda, 0,07% de umidade, 0,97% de sólidos não gordurosos e 0,78% de acidez. Os ácidos graxos majoritários do produto foram o oleico (22,66%), o palmítico (21,18%) e o esteárico (13,86%). Os ácidos graxos saturados corresponderam a 53,72% e os insaturados a 32,24% do total. No índice de acidez, houve diferença significativa nas amostras armazenadas a 30, 45 e 60°C, com teores finais de 0,89, 1,01 e 1,11%, respectivamente. Quanto ao índice de peróxidos, inicialmente com 0,50 mEq.kg<sup>-1</sup>, houve aumentos significativos para as amostras armazenadas a 45 e 60°C, com índices finais de 1,30 e 3,99 mEq.kg<sup>-1</sup>, nesta ordem. O valor de TBARS inicial foi de 0,08 mgMDA.kg<sup>-1</sup>, com aumento significativo nas amostras armazenadas a 45 e 60°C, com valores de 0,12 e 0,19 mgMDA.kg<sup>-1</sup>, respectivamente, ao final dos 56 dias. Quanto à cor objetiva, os parâmetros L\*, a\* e b\* caracterizam a cor amarela da amostra que, durante o armazenamento, apresentou um clareamento na tonalidade do amarelo, em especial nas temperaturas mais elevadas. A energia de ativação encontrada para o sistema foi de 50,2 kJ.mol<sup>-1</sup> e o período de indução (em dias) foi de 616 para 5°C, 103 para 30°C, 52 para 45°C e de 26 para 60°C. As análises microbiológicas indicaram ausência de contaminação para todas as amostras. Na análise sensorial, as amostras armazenadas a 60°C por 56 dias foram as que obtiveram os menores escores para a tonalidade da cor amarela, opacidade, odor e sabor característicos de manteiga da terra, viscosidade visual e viscosidade sentida na boca. Em contrapartida, apresentaram também aumento significativo para o odor e o sabor característicos do ranço. Os resultados do estudo indicaram que a manteiga da terra é um produto que se mantém estável por um longo período, sem alterações importantes antes dos 103 dias de estocagem à temperatura ambiente.

**PALAVRAS-CHAVE:** Gordura anidra do leite. Manteiga de garrafa. Rancificação. Teste de estufa. Análise descritiva quantitativa.



## ABSTRACT

“Manteiga da terra” is a traditional product in the northeast of Brazil that consists of a form of anhydrous cow’s milk fat. This product is susceptible to hydrolytic and oxidative rancidity, responsible for undesirable sensory changes, decreases in nutritional quality and economic impact for the industry. In this study, thermal stability and changes in the physicochemical and sensory profiles were evaluated during storage temperatures of 5, 30, 45 and 60°C at 0, 14, 28, 42 and 56 days. Physicochemical analyses were carried out to evaluate chemical composition and fatty acids profile in the initial time and the storage effects on acidity, peroxide value, TBARS value and objective color. From these results, the activation energy and the induction period were estimated. Microbiological analyses were performed for total and fecal coliforms. Quantitative Descriptive Analysis (QDA) was used to the sensory evaluation of appearance (yellow color, opacity, uniformity and visual viscosity), odor (characteristic of the product and rancid), flavor (characteristic of the product, acid and rancid) and texture (viscosity and granularity). The “manteiga da terra” produced to this study met the standards established by the brazilian legislation with results of 98.96% for fat, 0.07% for moisture, 0.97% for non-fat solids and 0.78% for acidity. The major fatty acids found in the product were oleic (22.66%), palmitic (21.18%) and stearic (13.86%). Saturated fatty acids accounted for 53.72% and unsaturated for 32.24% of the total. There were significant differences for acidity between samples stored at 30, 45 and 60°C, with final values of 0.89, 1.0 and 1.11%, respectively. The peroxide values showed significant increases from 0.50 to 1.30 and 3.99 mEq.kg<sup>-1</sup> in samples stored at 45 and 60°C, in this order. The TBARS value was 0.08 mgMDA.kg<sup>-1</sup> in the initial time and there were significant increases in the samples stored at 45 and 60°C, with values of 0.12 and 0.19 mgMDA.kg<sup>-1</sup>, respectively, at the end of 56 days. The parameters L\*, a\* and b\* for objective color characterized the yellow color of the product, with decrease in yellow tone during storage, especially at higher temperatures. The activation energy found for the system was 50.2 kJ.mol<sup>-1</sup> and the induction period (in days) was 616 to 5°C, 103 to 30°C, 52 to 45°C and 26 to 60°C. Microbiological analysis indicated the absence of contamination for all samples. In the sensory analysis, the samples kept at 60°C for 56 days had the lowest scores for yellow tone color, opacity, characteristic odor and taste, visual viscosity and viscosity felt at the mouth. On the other hand, they showed a significant increase for the characteristic odor and taste of rancid. The results indicated that the “manteiga da terra” is a stable product for a long period under normal storage conditions.

**KEY-WORDS:** Anhydrous milk fat. Rancidity. Oven test. Physical-chemical analysis. Quantitative descriptive analysis.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

|                                                                                                                  |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 1 – Reações químicas que ocorrem durante a iniciação da rancificação oxidativa. ....                      | 19 |
| Figura 2 – Reações químicas que ocorrem durante a propagação da rancificação oxidativa. .                        | 20 |
| Figura 3 – Reações químicas que ocorrem durante a terminação da rancificação oxidativa. ..                       | 21 |
| Figura 4 – Fluxograma do processamento de manteiga da terra. ....                                                | 23 |
| Figura 5 – Delineamento experimental do projeto .....                                                            | 24 |
| Figura 6 - Ficha de avaliação da habilidade dos provadores em exprimir proporcionalidade por meio de escala..... | 30 |
| Figura 7 - Ficha do teste de reconhecimento de gostos básicos. ....                                              | 31 |
| Figura 8 - Ficha do teste triangular.....                                                                        | 31 |
| Figura 9 - Ficha de avaliação sensorial de manteiga da terra.....                                                | 34 |

## ARTIGO 1

|                                                                                                                     |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Figura 1 – Período de indução para a manteiga da terra nas temperaturas de 5, 30, 45 e 60°C. ....                   | 59 |
| Figura 2 – Escores para diferentes atributos da manteiga da terra armazenada a 60°C ao longo do armazenamento. .... | 61 |

## LISTA DE TABELAS

|                                                                                                                       |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tabela 1 - Caracterização da manteiga da terra no tempo inicial.....                                                  | 51 |
| Tabela 2 - Perfil dos ácidos graxos da manteiga da terra no tempo inicial .....                                       | 54 |
| Tabela 3 - Resultados da avaliação físico-química da manteiga da terra durante o armazenamento .....                  | 55 |
| Tabela 4 - Resultados dos parâmetros L*, a* e b* para cor objetiva da manteiga da terra durante o armazenamento. .... | 57 |

## **LISTA DE QUADROS**

|                                                                                               |    |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Quadro 1 - Substâncias utilizadas para o teste de reconhecimento de odores.....               | 32 |
| Quadro 2 - Definições e referências dos atributos escolhidos para avaliação das amostras. ... | 33 |

## **ARTIGO 1**

|                                                                                 |    |
|---------------------------------------------------------------------------------|----|
| Quadro 1 - Definições dos atributos escolhidos para avaliação das amostras..... | 50 |
|---------------------------------------------------------------------------------|----|

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

|              |                                                     |
|--------------|-----------------------------------------------------|
| <b>ADQ</b>   | Análise Descritiva Quantitativa                     |
| <b>ANOVA</b> | Análise de Variância                                |
| <b>CG</b>    | Cromatógrafo Gasoso                                 |
| <b>CLA</b>   | Ácido Linoleico Conjugado                           |
| <b>MAPA</b>  | Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento |
| <b>MDA</b>   | Malonaldeído                                        |
| <b>Min</b>   | Minuto                                              |
| <b>NMP</b>   | Número Mais Provável                                |
| <b>SIE</b>   | Selo de Inspeção Estadual                           |
| <b>SIF</b>   | Selo de Inspeção Federal                            |
| <b>TBARS</b> | Substâncias Reativas ao Ácido Tiobarbitúrico        |
| <b>TCLE</b>  | Termo de Consentimento Livre e Esclarecido          |
| <b>TEP</b>   | Tetraetoxipropano                                   |

## SUMÁRIO

|                                                                     |           |
|---------------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>1 INTRODUÇÃO.....</b>                                            | <b>13</b> |
| <b>2 REVISÃO DE LITERATURA.....</b>                                 | <b>15</b> |
| 2.1 MANTEIGA DA TERRA .....                                         | 15        |
| 2.2 IMPORTÂNCIA NUTRICIONAL DOS LIPÍDEOS .....                      | 16        |
| 2.3 ESTABILIDADE DE ÓLEOS E GORDURAS.....                           | 17        |
| 2.3.1 Rancificação hidrolítica.....                                 | 18        |
| 2.3.2 Rancificação oxidativa.....                                   | 18        |
| 2.3.3 Métodos de avaliação de estabilidade oxidativa .....          | 21        |
| <b>3 MATERIAL E MÉTODOS .....</b>                                   | <b>23</b> |
| 3.1 LOCAL DE EXECUÇÃO.....                                          | 23        |
| 3.2 MATÉRIA-PRIMA .....                                             | 23        |
| 3.3 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL .....                                 | 24        |
| 3.4 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS .....                                  | 24        |
| 3.4.1 Composição centesimal .....                                   | 25        |
| 3.4.2 Perfil de ácidos graxos.....                                  | 25        |
| 3.4.3 Caracterização físico-química durante armazenamento .....     | 26        |
| 3.5 MODELO CINÉTICO DE ARRHENIUS E PERÍODO DE INDUÇÃO.....          | 27        |
| 3.6 ANÁLISE MICROBIOLÓGICA .....                                    | 28        |
| 3.7 ANÁLISE SENSORIAL .....                                         | 28        |
| 3.7.1 Pré-seleção dos candidatos.....                               | 29        |
| 3.7.2 Desenvolvimento da terminologia descritiva e treinamento..... | 32        |
| 3.7.3 Seleção final da equipe de julgadores .....                   | 36        |
| 3.7.4 Avaliação das amostras .....                                  | 36        |
| 3.8 ANÁLISE ESTATÍSTICA .....                                       | 37        |
| <b>REFERÊNCIAS.....</b>                                             | <b>38</b> |
| <b>4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>                                | <b>43</b> |
| 4.1 ARTIGO .....                                                    | 43        |
| <b>5 CONCLUSÃO.....</b>                                             | <b>66</b> |
| <b>ANEXOS.....</b>                                                  | <b>67</b> |
| <b>APÊNDICES .....</b>                                              | <b>69</b> |

## 1 INTRODUÇÃO

A manteiga da terra é um produto característico da região nordeste brasileira e conhecida, de acordo com a localidade, como manteiga do sertão, de gado, de cozinha ou de garrafa. Trata-se de uma forma anidra da gordura do leite de vaca que foi submetida a processamento térmico adequado. Em outros países, existem produtos similares típicos, como é o caso do “*butteroil*” americano, do “*ghee*” indiano e do “*smen*” africano.

Por ter grande aceitação local, a manteiga da terra está presente em grande parte dos lares nordestinos, sendo comumente comercializada em feiras livres, supermercados e padarias (AMBRÓSIO; GUERRA; MANCINI FILHO, 2001). Este produto é consumido diretamente no pão, em carnes, em pipocas, utilizada em frituras e em diversas aplicações em receitas regionais. Além disso, esse tipo de manteiga é utilizado como insumo na elaboração de outro produto tipicamente nordestino, o queijo de manteiga.

Este tipo de manteiga é, em geral, elaborado em pequenas quantidades e de maneira informal (SOARES et al., 2009). Sua tecnologia de produção provém de tradições familiares e varia de acordo com o produtor (NASSU, 2004). Em estudo realizado por Araújo (2011), no qual foram obtidas 51 amostras de manteiga de garrafa comercializadas às margens da BR-230 na Paraíba, verificou-se que nenhuma delas atendia aos parâmetros de rotulagem e embalagem, o que confirma o caráter artesanal da maioria das manteigas comercializadas na região. Em 2015, segundo informações da Secretaria da Agricultura do Estado da Paraíba, apenas sete laticínios dos que produziam a manteiga da terra no Estado possuíam o Selo de Inspeção Estadual (SIE) e, segundo o Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), apenas dois possuíam o Selo de Inspeção Federal (SIF).

Com composição rica em lipídeos, a manteiga da terra é susceptível a dois tipos de rancificação: a hidrolítica (ou lipólise), que é favorecida pela presença de lipases na gordura do leite e que resultará no aumento nos níveis de ácidos graxos livres; e a oxidativa, reação que ocorre nos ácidos graxos insaturados, os quais representam 23,90% do total de ácidos graxos segundo (MACHADO; DRUZIAN, 2009) ou, ainda, 39,64%, segundo (CLEMENTE et al., 2009). A rancificação oxidativa é a principal responsável pelas alterações indesejáveis na aparência, sabor, odor e textura de gorduras (ÖZKANLI; KAYA, 2007).

Tais reações prejudicam não apenas as características sensoriais da manteiga, mas também diminuem sua qualidade nutricional e criam vários problemas de estabilidade no

armazenamento. Neste sentido, as rancificações hidrolítica e oxidativa devem ser encaradas com preocupação pela indústria de laticínios devido ao impacto econômico que pode ser gerado (ÖZKANLI; KAYA, 2007; RIBEIRO; SERAVALLI, 2007; MEHTA; DARJI; APARNATHI, 2015).

A literatura referente a produtos regionais, em especial a manteiga da terra, ainda é escassa, o que dificulta o controle do produto e possibilita fraudes em sua elaboração. Santos (1995), em seu estudo, avaliou os efeitos da temperatura, umidade e luminosidade sobre a estabilidade de manteiga da terra. Ambrósio, Guerra e Mancini Filho (2001); Clemente e Abreu (2008); Machado e Druzian (2009); e Araújo (2011), por sua vez, estudaram a estabilidade térmica de manteigas comerciais. Nassu (2004); Furtado, Alves e Oliveira (2006) estudaram o efeito de embalagens na estabilidade da manteiga da terra. Souza (2011) estudou a qualidade de um tipo de manteiga da terra produzida com gordura proveniente do leite de cabra. Por fim, Silva (2009) e Soares (2009) estudaram a qualidade microbiológica de manteigas da terra comerciais.

Faltam, no entanto, estudos mais aprofundados em relação às mudanças físico-químicas e sensoriais que ocorrem concomitantes à rancificação, em especial as alterações sensoriais, que, quando utilizados painéis treinados, são extremamente sensíveis, permitindo detectar quantidades da ordem dos  $\mu\text{g.kg}^{-1}$ , enquanto métodos mais objetivos possuem um limiar até mil vezes superior (SILVA; BORGES; FERREIRA, 1999).

Neste estudo, objetivou-se avaliar a estabilidade térmica e acompanhar as alterações nos perfis físico-químicos e sensoriais ocasionadas pela rancificação da manteiga da terra durante armazenamento em condições de teste acelerado e em temperaturas controladas.



## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 MANTEIGA DA TERRA

De acordo com a legislação brasileira (BRASIL, 2001), a manteiga da terra é o produto gorduroso nos estados líquido e pastoso (à temperatura ambiente), obtido a partir do creme de leite (ou nata) submetido a processo tecnologicamente adequado até eliminação quase integral da água presente.

Ainda de acordo com Brasil (2001), o processamento da nata ocorre em temperaturas entre 110 e 120°C, sempre em agitação até que a gordura se funda completamente e a água seja praticamente toda eliminada por evaporação. No ponto final do processamento, percebe-se a interrupção da produção de bolhas no tacho e o surgimento da chamada borra – um resíduo denso, opaco e de coloração parda - que se forma com a precipitação dos sólidos não gordurosos presentes na nata por causa da temperatura a que foram submetidos. A fase oleosa e líquida (o sobrenadante) é separada por decantação da borra e, posteriormente, filtrada e envasada em material adequado.

A manteiga da terra tem sabor e odor próprios - diferentes das características da manteiga comum – e não devem ser rançosos, nem estranhos ou desagradáveis. À temperatura ambiente, tem aspecto pastoso e/ou líquido, com separação visível de fases: uma em estado líquido e de cor amarelada; a outra, em estado cristalizado, de cor amarela-esbranquiçada (BRASIL, 2001).

De acordo com Clemente et al. (2009), mesmo sem refrigeração, a manteiga da terra é estável por um período de tempo mais prolongado do que a manteiga tradicional. Porém, as características intrínsecas da manteiga da terra e a sua forma de produção e comercialização favorecem amplamente a ocorrência da rancificação oxidativa. Se, por um lado, o baixo teor de umidade deste tipo de manteiga favorece a não proliferação microbiana, por outro confere alta susceptibilidade à rancificação, assim como o faz a alta presença de ácidos graxos insaturados no produto.

Quanto ao processamento da manteiga da terra, Nassu et al., (2003) constataram que é comum, até para os médios produtores, juntarem a nata em recipientes (às vezes, inadequados) a temperaturas inadequadas durante dias. Além disto, o produto é, em geral, comercializado à temperatura ambiente e em embalagens que permitem a passagem da luz (vidro ou plástico). Todos estes fatores atuam, segundo Silva, Borges e Ferreira (1999), como potentes aceleradores

da rancificação oxidativa, que acarretará o aparecimento de sabores e odores anômalos (o ranço) e redução no valor nutritivo e na vida útil do produto.

A manutenção da qualidade da manteiga da terra depende de inúmeros fatores, entre eles, da forma em que a nata foi armazenada, do método e a temperatura utilizados no processamento, da permeabilidade do material de embalagem ao ar e à umidade, das condições de armazenamento do produto (exposição à luz e a temperaturas elevadas) e do tipo de alimentação do animal (GANGULI; JAIN, 1972; FEARON; MAYNE; CHARLTON, 1998; ÖZKANLI; KAYA, 2007).

## 2.2 IMPORTÂNCIA NUTRICIONAL DOS LIPÍDEOS

Os lipídeos são componentes importantes encontrados na maioria dos sistemas biológicos, sejam eles animais, vegetais ou microbianos, exercendo função na composição e características das membranas celulares. São abundantes em inúmeras matrizes alimentares, muitas delas de grande interesse econômico, contribuindo para melhorar o sabor, odor e textura dos alimentos. Exercem, também, função nutricional importante, pois são os principais fornecedores de energia na alimentação, além de serem veículos das vitaminas lipossolúveis (A, D, E e K) e suprirem a demanda de ácidos graxos essenciais. A exemplo de ácido graxo essencial, tem-se o CLA (ácido linoleico conjugado, C-18:2 (n-6)), presente na gordura de ruminantes, seja na carne, no leite ou derivados do leite (GUNSTONE, 2004; ORDÓÑEZ, 2005; RIBEIRO; SERAVALLI, 2007; SHAHIDI; ZHONG, 2010).

Em contrapartida, o consumo em excesso de lipídeos, em especial as gorduras saturadas e as trans, tem sido associado a inúmeras doenças e condições de saúde, como obesidade, hipertensão, doenças cardiovasculares e câncer (SHAHIDI; ZHONG, 2010).

A maioria dos lipídeos é formada pela esterificação de ácidos graxos e glicerol. Cerca de 98% dos lipídeos em plantas e animais consistem de glicerídeos formados por uma molécula de glicerol e uma (monoglicerídeo), duas (diglicerídeo) ou três (triglicerídeo) moléculas de ácidos graxos. Os triglicerídeos são os mais abundantes em óleos e gorduras de importância comercial e nutricional (ORDÓÑEZ, 2005; SHAHIDI; ZHONG, 2010).

Os ácidos graxos são considerados os blocos de construção dos lipídeos e influenciam diretamente suas propriedades físico-químicas e fisiológicas. Gorduras naturais contêm, em sua maioria, ácidos graxos com cadeias de número par de carbonos e o grau de saturação desses ácidos depende de sua origem. Os ácidos graxos saturados são encontrados na maioria dos óleos

e gorduras, seja animal ou vegetal. Os insaturados, porém, predominam nas plantas superiores e em animais que vivem a baixas temperaturas, a exemplo dos peixes (RIBEIRO; SERAVALLI, 2007; SHAHIDI; ZHONG, 2010). Pelo fato da velocidade de oxidação ser dependente do número de duplas ligações presentes nos ácidos graxos, seria o esperado que os óleos vegetais exibissem maior susceptibilidade à deterioração que as gorduras animais. Porém, tendem a oxidar mais lentamente, pois contêm quantidades significativas de tocoferóis, os quais atuam como antioxidantes naturais (SILVA; BORGES; FERREIRA, 1999).

## 2.3 ESTABILIDADE DE ÓLEOS E GORDURAS

A qualidade de um óleo ou gordura pode ser definida como o seu estado atual de aceitabilidade, já a estabilidade remete à sua resistência a alterações futuras (SMOUSE, 1995; ANTONIASSI, 2001).

A rancificação de gorduras é um dos principais processos que promovem alterações em matrizes alimentares. Afeta as interações entre os constituintes dos alimentos e provoca, na maioria dos casos, efeitos indesejáveis. Essas alterações, nos alimentos gordurosos, ocasionará perda nutricional e de bioativos, aparecimento de odor e sabor indesejáveis, alterações de cor e textura e formação de produtos tóxicos, tornando-os inaceitáveis ou menos atrativos aos olhos do consumidor (WISOWICZ et al., 2004; RIBEIRO; SERAVALLI, 2007).

Os lipídeos são susceptíveis à degradação na presença de sistemas catalíticos, entre eles a luz, o calor, enzimas, metais, metaloproteínas e microrganismos, que acarretarão os processos de autooxidação, fotoxidação, oxidação térmica, oxidação enzimática e outros processos hidrolíticos. A maior parte destes processos envolve radicais livres ou componentes reativos para que ocorra sua iniciação (SHAHIDI; ZHONG, 2010). A oxidação se desenvolve por meio de uma sequência complexa de reações químicas que ocorrem entre o oxigênio disponível e os ácidos graxos insaturados presentes na matriz alimentar (RIBEIRO; SERAVALLI, 2007).

A estabilidade de óleos e gorduras é importante para garantir a qualidade destas matrizes e está intimamente ligada às suas estruturas químicas, pois são mais estáveis os produtos que apresentam, em sua composição, uma quantidade maior de ácidos graxos saturados. Deste modo, estudos sobre a estabilidade, sobretudo oxidativa, de um alimento ou um insumo alimentar, caso dos óleos e gorduras, são de grande interesse econômico, nutricional e, sobretudo, à saúde pública (SILVA; BORGES; FERREIRA, 1999; CARVALHO, 2011).

Dentre as transformações químicas que afetam a qualidade sensorial e, consequentemente, a aceitação de óleos e gorduras, destacam-se a rancidez hidrolítica e a rancidez oxidativa.

### **2.3.1 Rancificação hidrolítica**

Também conhecido por rancificação lipolítica ou lipólise, este processo pode ocorrer por meio enzimático – com a ação de lipases –, por meio de agentes químicos (ácidos e bases) ou por estresse térmico. Através de um desses agentes, as ligações ésteres dos lipídeos sofrerão hidrólise, liberando ácidos graxos dos triglicerídeos. Tais alterações podem ser benéficas, porém, na maioria dos casos, são maléficas à qualidade do alimento (RIBEIRO; SERAVALLI, 2007; CARVALHO, 2011).

A gordura do leite e seus derivados é altamente susceptível à rancificação hidrolítica devido à presença natural de lipases nessas matrizes ou oriundas de contaminação microbiana. As lipases estão inicialmente ocluídas por proteínas (como a caseína no leite), que previne o contato direto com glóbulos de gordura. Quando esta proteção é rompida - através de temperatura ou agitação – a lipólise ocorrerá e com isso haverá formação de odores e sabores associados ao ranço. Na gordura do leite e de seus derivados, o caso da manteiga, a lipólise resultará na formação de ácido butírico, o que acarretará alterações indesejáveis no odor e no sabor (RIBEIRO; SERAVALLI, 2007; MALLIA, 2008).

### **2.3.2 Rancificação oxidativa**

A rancidez oxidativa é a mais importante dentre os processos deteriorativos que ocorrem em alimentos ricos em lipídeos e que implicam no aparecimento de sabores e odores anômalos, conhecidos comumente como ranço. Trata-se de um fenômeno espontâneo e inevitável, que implica diretamente no valor comercial de produtos gordurosos, já que ocorre perda nutricional - entre outros, o ácido linoleico (ácido graxo essencial) - e formação de produtos tóxicos (aldeídos, cetonas, entre outros) como produtos secundários da reação (SILVA; BORGES; FERREIRA, 1999; ORDÓÑEZ, 2005).

Devido à característica de reação inevitável e em cadeia através de radicais livres, é comumente tratada como rancificação autolítica e, por consequência, está associada a oxidações em outros substratos, como carotenoides, esqualeno e vitaminas A e E presentes no alimento.

Devido a isto, processos oxidativos em gorduras estão associados à perda da cor, perda de componentes nutritivos, mudanças na textura, entre outros (ORDÓÑEZ, 2005; RIBEIRO; SERAVALLI, 2007).

A oxidação lipídica envolve uma série de reações químicas complexas que estão relacionadas com o tipo de estrutura lipídica e o meio em que se encontra essa matriz. O número e a natureza das insaturações dos ácidos graxos, o tipo de interface entre os lipídeos e o oxigênio, a exposição à luz e ao calor, a presença de pró-oxidantes (íons metálicos de transição) ou de antioxidantes são fatores que irão influenciar a estabilidade e a velocidade com que ocorrerá a oxidação dos óleos e gorduras (SILVA; BORGES; FERREIRA, 1999; RIBEIRO; SERAVALLI, 2007).

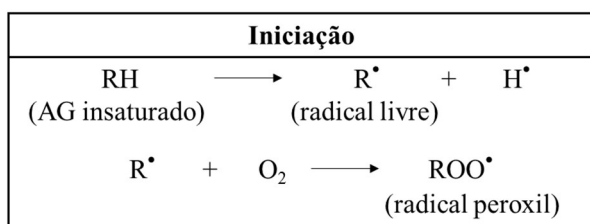
Este processo pode ser dividido em três estágios: iniciação, propagação e terminação. As reações envolvidas estão esquematizadas, respectivamente, nas Figuras 1, 2 e 3.

### 2.3.2.1 Iniciação ou indução

Ácidos graxos insaturados na presença de iniciadores, tais como calor, luz, radiação ionizante, íons metálicos e metaloproteínas, perdem átomos de hidrogênio do grupo metileno adjacente à dupla ligação – que são mais instáveis devido à distribuição de elétrons na ligação conjugada – e produzem radicais livres (SHAHIDI; ZHONG, 2010).

O surgimento de tais radicais é necessário para que ocorra o início da oxidação e, por isso, há o período de indução, no qual haverá um aumento no nível de radicais livres disponíveis. Essas reações iniciais requerem alta energia de ativação, porém, em condições favoráveis de iniciação, como as citadas anteriormente, elas são facilitadas. A oxidação ocorre, portanto, lentamente no estágio inicial, até que se expande rapidamente após este período de indução. Os radicais acumulados reagem, então, com o oxigênio atmosférico para a formação de um radical peroxil, como mostra a Figura 1 (ORDÓÑEZ, 2005; SHAHIDI; ZHONG, 2010).

Figura 1 – Reações químicas que ocorrem durante a iniciação da rancificação oxidativa.



### 2.3.2.2 Propagação

A partir deste estágio, a matriz alimentar já pode apresentar cheiro e sabor de ranço, que tendem a acumular-se rapidamente. Há um aumento significativo no consumo de oxigênio e na concentração de peróxidos e dos produtos de sua decomposição (SOARES et al., 2003).

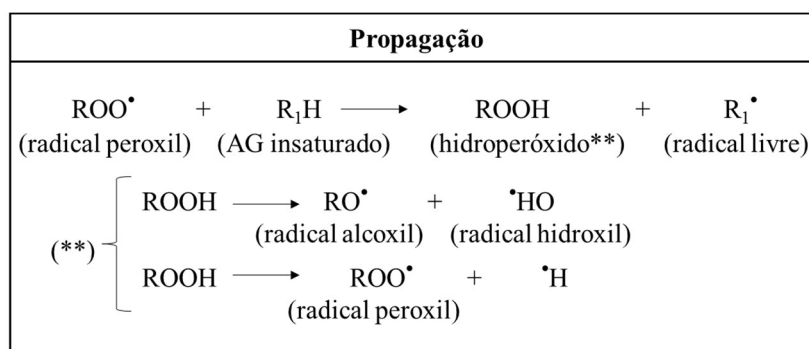
Os radicais livres formados no período de indução continuam a combinar-se com o oxigênio para a formação de mais radicais peróxidos. Estes radicais, por serem altamente reativos, reagirão com o hidrogênio de um outro ácido graxo insaturado ainda não oxidado, produzindo um hidroperóxido e um novo radical livre (ORDÓÑEZ, 2005; RIBEIRO; SERAVALLI, 2007).

Os hidroperóxidos poderão ser decompostos por altos níveis de radiação, calor, presença de metais ou por atividade enzimática, produzindo uma gama de novos radicais livres, que irão contribuir para o processo de oxidação, entre eles os radicais alcóxil, peróxil e hidroxil (Figura 2) (RIBEIRO; SERAVALLI, 2007; SHAHIDI; ZHONG, 2010).

Deste modo, nesta sequência de reações em que os radicais livres estão sempre sendo formados e dando origem a outros, configura-se a propagação da oxidação por reação em cadeia por toda a matriz alimentar (SHAHIDI; ZHONG, 2010).

A determinação do índice de peróxidos não é uma medida efetiva para estimar o grau de oxidação de uma amostra. Por serem de natureza instável, tendem a deteriorar-se até o ponto em que a formação de peróxidos será inferior à sua taxa de deterioração. São considerados, pois, produtos primários da oxidação e um baixo nível de peróxidos pode, em certas situações, ser sinal de alteração acentuada (BERSET; CUVELIER, 1996; SILVA; BORGES; FERREIRA, 1999; ORDÓÑEZ, 2005).

Figura 2 – Reações químicas que ocorrem durante a propagação da rancificação oxidativa.



### 2.3.2.3 Terminação

De modo simultâneo aos estágios de iniciação e propagação, podem ocorrer as reações de terminação, na qual dois radicais livres interagem para formar substâncias não radicalares (Figura 3), interrompendo assim o papel deles como propagadores da reação oxidativa. Nesta etapa, ocorre a diminuição no consumo de oxigênio e diminuição na concentração de peróxidos e o alimento apresentará intensa alteração em suas características de odor, sabor, cor e textura (RIBEIRO; SERAVALLI, 2007; CARVALHO, 2011).

Os hidroperóxidos não afetam diretamente a deterioração do odor e sabor das gorduras, porém, assim como os radicais alcóxil, podem se decompor, com rompimento da cadeia carbonada, produzindo ácidos de cadeias menores, aldeídos, cetonas, álcoois, entre outros (conhecidos como produtos secundários de oxidação), dentre os quais surgem agentes que conferirão odores e sabores indesejáveis. Os produtos terciários da oxidação, por sua vez, poderão ser formados a partir da transformação dos aldeídos em ácidos e da polimerização dos hidroperóxidos com outros radicais, produzindo moléculas de elevada massa molar, sedimentos insolúveis e gomas. (RIBEIRO; SERAVALLI, 2007; CARVALHO, 2011).

Figura 3 – Reações químicas que ocorrem durante a terminação da rancificação oxidativa.

| Terminação     |   |               |                           |
|----------------|---|---------------|---------------------------|
| $R^\bullet$    | + | $R^\bullet$   | $\longrightarrow R-R$     |
| $R^\bullet$    | + | $ROO^\bullet$ | $\longrightarrow ROOR$    |
| $R^\bullet$    | + | $RO^\bullet$  | $\longrightarrow ROR$     |
| $nROO^\bullet$ |   |               | $\longrightarrow (ROO)_n$ |

### 2.3.3 Métodos de avaliação de estabilidade oxidativa

Os métodos de avaliação da estabilidade oxidativa de óleos e gorduras surgiram com o intuito de prever a vida-de-prateleira destes produtos e verificar sua susceptibilidade à oxidação, pois em condições normais de armazenamento, as alterações ocorridas nestes produtos são lentas e podem consumir grandes quantidades de reagentes e de tempo do pesquisador (ANTONIASSI, 2001).

Neste sentido, submete-se o óleo ou gordura a teste de oxidação acelerada, sob condição padronizada e escolhe-se o ponto final a partir do momento no qual se observam sinais de

deterioração oxidativa. Para acelerar o processo oxidativo, pode-se submeter as amostras a elevadas temperaturas, adicionar metais, aumentar a pressão do oxigênio, estocar sob luz e agitação. No entanto, o meio mais utilizado e eficiente para tal fim é o aquecimento (ANTONIASSI, 2001; CORDEIRO, 2013)

Alguns métodos de avaliação da estabilidade oxidativa monitoram as alterações ocorridas na amostra através de análises como: índice de peróxidos, índice de TBARS (substâncias reativas ao ácido tiobarbitúrico), índice de acidez, propriedades reológicas, alteração de cor, análise sensorial, entre outras. Destes resultados, obtém-se como parâmetro o período de indução, definido como o tempo para se atingir nível de rancidez detectável ou surpreendente mudança na taxa de oxidação (ANTONIASSI, 2001).

A análise sensorial é a que mais se associa à condição real de oxidação da amostra, sendo a abordagem mais fiel na identificação de sabores e odores anômalos em matrizes alimentares, que não podem ser identificados por outras análises químicas ou instrumentais objetivas. O ranço torna-se perceptível ao julgador a partir de um conteúdo lipídico peroxidado da ordem dos 0,5% (SILVA; BORGES; FERREIRA, 1999; FRANKEL; MEYER, 2000)

A preferência pessoal e subjetiva da análise sensorial, aliada às dificuldades na identificação do momento exato em que um produto sofre oxidação e na comparação de resultados, justificam a existência simultânea de testes objetivos, baseados na determinação de propriedades físicas e químicas. Porém, a análise sensorial é insubstituível para determinar se um teste utilizado (químico ou físico) é representativo quanto à alteração de propriedades sensoriais (SILVA; BORGES; FERREIRA, 1999; FRANKEL; MEYER, 2000).

#### 2.3.3.1 Teste de estufa de Schaal

Neste método, são colocados de 50 a 100 gramas da amostra em estufa aquecida entre 60 e 70°C. As amostras são analisadas periodicamente e, ao se detectar o primeiro sinal de rancidez ou de alteração no índice de peróxidos, determina-se o período de indução, medido em dias ou horas (SILVA; BORGES; FERREIRA, 1999; ANTONIASSI, 2001).

Deve-se estar atento à dificuldade de padronização do ensaio quanto à quantidade de amostra utilizada, temperatura da estufa e recipientes utilizados, para que a área de exposição ao ar seja similar. O método de estufa simula o menor grau de oxidação da amostra, apresentando correlação com o ensaio de vida útil (FRANKEL; MEYER, 2000; ANTONIASSI, 2001; CORDEIRO, 2013).



### 3 MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.1 LOCAL DE EXECUÇÃO

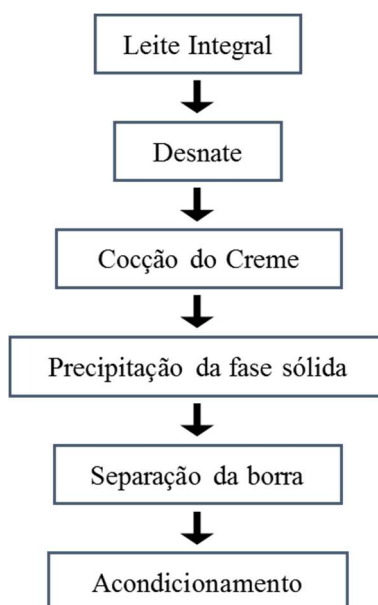
A elaboração da manteiga da terra ocorreu em uma indústria de laticínios da cidade de Paulista, na Paraíba.

As análises físico-químicas, sensoriais e microbiológicas foram conduzidas nos Laboratórios de Análises Químicas de Alimentos, de Análise Sensorial e de Microbiologia de Alimentos, respectivamente. Estes laboratórios pertencem ao Departamento de Engenharia de Alimentos, do Centro de Tecnologia da Universidade Federal da Paraíba.

#### 3.2 MATÉRIA-PRIMA

Foram obtidos quatro litros de manteiga da terra, processados conforme o fluxograma da Figura 4 e de acordo com o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade da Manteiga de Garrafa, Queijo de Coalho e Queijo de Manteiga (Instrução normativa Nº 30, DE 26 DE JUNHO DE 2001).

Figura 4 – Fluxograma do processamento de manteiga da terra.

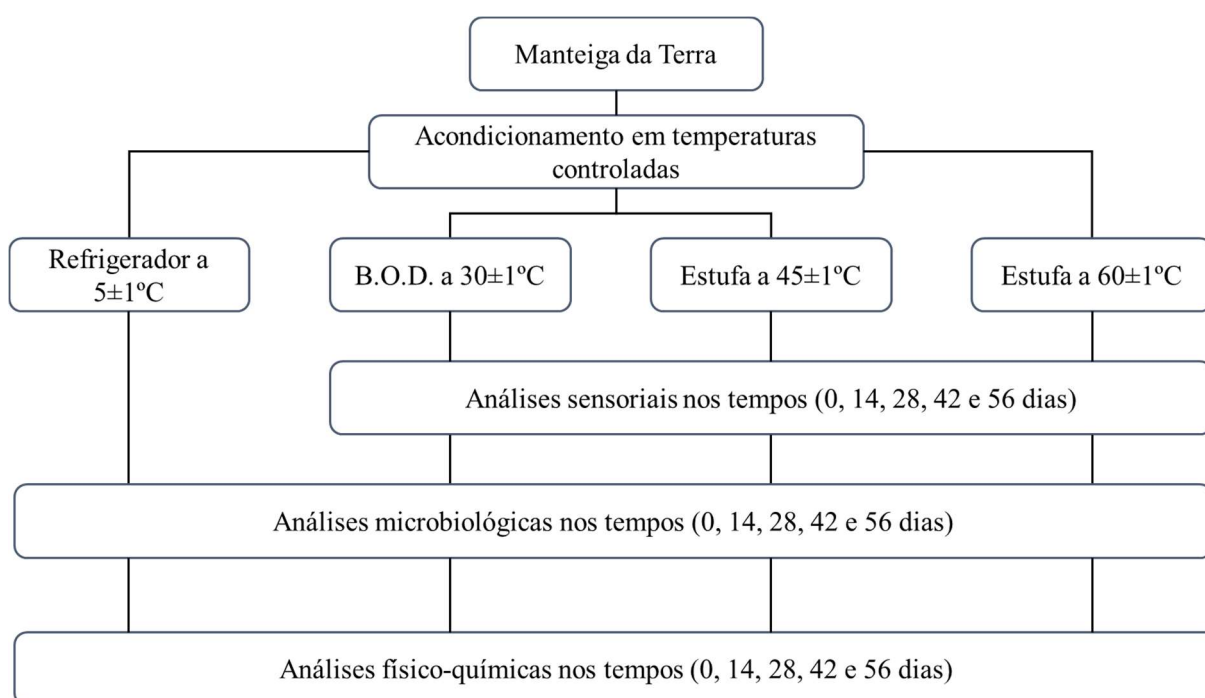


A manteiga da terra foi acondicionada em recipientes de vidro, com tampas rosqueáveis que continham 100 g do produto. A quantidade de manteiga da terra foi padronizada em todos os frascos.

### 3.3 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

Os recipientes com manteiga da terra foram acondicionados em quatro diferentes temperaturas (Figura 5): a 5°C em refrigerador; em estufa incubadora B.O.D. a 30°C; em estufa sem circulação de ar a 45°C; e em estufa sem circulação de ar a 60°C.

Figura 5 – Delineamento experimental do projeto.



Todas as amostras foram submetidas às análises físico-químicas e microbiológicas e as amostras mantidas a 30, 45 e 60°C foram submetidas análise sensorial. A amostra armazenada a 5°C foi excluída da análise sensorial, pois, de acordo com Machado e Druzian (2009), mesmo após sete meses de armazenamento nesta temperatura, não foram observadas alterações importantes.

### 3.4 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS

A amostra de manteiga da terra no tempo inicial foi submetida às análises de composição centesimal e caracterização físico-química. As amostras mantidas em estufa eram retiradas de

suas condições de armazenamento imediatamente antes da realização das análises. Todas as análises físico-químicas foram realizadas em triplicata.

### 3.4.1 Composição centesimal

O teor de umidade e as determinações de sólidos não gordurosos e de lipídeos foram realizada de acordo com a IN N° 68 de 12/12/2006 do MAPA (BRASIL, 2006). Em paralelo, o teor de umidade foi estimado por infravermelho utilizando o analisador de umidade da marca Ohaus, modelo MB 45 (EUA) e o teor de lipídeos foi realizado seguindo os procedimentos descritos por Folch, Less e STANLEY (1957).

### 3.4.2 Perfil de ácidos graxos

Para a transesterificação dos ácidos graxos da amostra foi utilizada a metodologia LMLR-L2.1 (CHRISTIE, 2003; ICHIHARA et al., 1996; REGO et al., 2009), correntemente utilizada para amostras de leite, queijo e gordura de leite, armazenado/congelado ou que poderá conter ácidos graxos livres.

A identificação e quantificação dos ésteres de ácidos graxos foram realizadas em cromatógrafo gasoso (CG-FID HP6890-Agilent), equipado com detector de ionização de chama e coluna capilar de sílica fundida (100m, d.i 0,25mm, espessura do filme da fase estacionária de 0,5  $\mu\text{m}$ ). Foi utilizado como gás de arraste o hélio na vazão de  $1\text{ mL min}^{-1}$ . A temperatura inicial do forno foi de  $40^{\circ}\text{C}$ , mantendo-se por 2 min a esta temperatura, aumentando  $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$  até atingir a temperatura de  $180^{\circ}\text{C}$ , permanecendo nesta temperatura por 30 min, aumentando  $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$  com programação para atingir  $240^{\circ}\text{C}$  e assim permanecer por 34 min, totalizando 86 min de corrida. A temperatura do injetor foi mantida em  $250^{\circ}\text{C}$  e a do detector em  $260^{\circ}\text{C}$ . Alíquotas de 1,0 mL do extrato esterificado foram injetadas em injetor tipo Split/Splitless. Os cromatogramas foram registrados no *EZChrom Elite Compact Software*. Os ácidos graxos foram identificados por comparação dos tempos de retenção dos ésteres metílicos das amostras com padrões Mix C4-C24 (18919-1AMP, Supelco).

Os ácidos graxos foram quantificados por normalização das áreas dos ésteres metílicos e o resultado expresso em  $\text{g } 100\text{g}^{-1}$  de lipídeos, através de fórmulas utilizando a padronização interna, que neste estudo foi adicionado 1,00 mL da solução do padrão interno éster metílico

do ácido nonadecanoico (19:0, metil-decasonoato), baseando-se em estudo de Visentainer e Franco (2006).

### **3.4.3 Caracterização físico-química durante armazenamento**

No dia da realização das análises físico-químicas, as amostras armazenadas nas temperaturas de 5, 30, 45 e 60°C eram retiradas das respectivas estufas ou refrigeradores até que retornassem à temperatura ambiente para homogeneização das amostras e realização das análises previstas.

#### **3.4.3.1 Determinação da acidez**

A acidez foi determinada de acordo com as técnicas descritas nas Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2008). A determinação do índice de acidez foi feita por titulação com solução de NaOH 0,01N e o resultado foi expresso em soluto alcalino normal %. Foram analisados os tempos 0, 14, 28, 42 e 56 dias.

#### **3.4.3.2 Determinação do índice de peróxidos**

O índice de peróxidos foi determinado de acordo com a metodologia da AOAC (2000). Nesta análise, estimou-se todas as substâncias que oxidam o iodeto de potássio em termos de miliequivalentes de peróxido por 1000 g de amostra ( $\text{mEq kg}^{-1}$ ). Foram analisados os tempos: 0, 14, 28, 42 e 56 dias.

#### **3.4.3.3 Valor de TBARS**

A determinação do valor de TBARS foi realizada conforme método proposto por Rosmini et al. (1996) adaptado. O teor de malonaldeído (MDA) foi quantificado com o auxílio de uma curva padrão de tetraetoxipropano (TEP) e o resultado foi expresso em mg de malonaldeído por kg da manteiga da terra. Foram analisados os tempos 0, 28 e 56 dias.

### 3.4.3.4 Determinação de cor

A cor foi determinada utilizando-se um colorímetro digital (Konica Minolta, modelo CHROMA METER CR-400/410, Osaka, Japão) coberto por filme plástico de PVC transparente, com iluminante D65 e ângulo de observação de 10°, especular incluída, para a leitura dos parâmetros L\* (luminosidade), a\* (intensidade de vermelho) e b\* (intensidade de amarelo), conforme especificações da Comissão Internationale de L'éclairage (CIE, 1986). O equipamento foi previamente calibrado com placa de referência branca da MINOLTA (Japão).

As medidas foram tomadas em pontos distintos das amostras, que estavam a 30°C e homogeneizadas no momento da leitura. Foram avaliadas as amostras nos tempos 0, 14, 28, 42 e 56 dias.

## 3.5 MODELO CINÉTICO DE ARRHENIUS E PERÍODO DE INDUÇÃO

Para estimar os parâmetros de taxa de aumento do índice de peróxidos (k, em dia<sup>-1</sup>) e a energia de ativação (Ea, em kJ mol<sup>-1</sup>), utilizou-se do log da equação derivada para processos de primeira ordem (Equação 1), pois assim se comportaram as amostras neste estudo.

$$\ln[C] = \ln[Co] + k * t \quad (\text{Equação 1})$$

Sendo C o índice de peróxidos (mEq kg<sup>-1</sup> de amostra), Co o índice inicial de peróxidos (mEq kg<sup>-1</sup> de amostra) e t o tempo em dias. Plotou-se ln[C] em função do tempo (ln[C] × t) para cada temperatura. O coeficiente angular da reta obtida será correspondente ao valor de k. Para encontrar a energia de ativação, utiliza-se do log da equação de Arrhenius (Equação 2) e plota-se ln(k) em função do inverso da temperatura (ln(k) × 1/T).

$$\ln \left( k = k_o * e^{\frac{-Ea}{RT}} \right) \rightarrow \ln k = -\frac{Ea}{RT} + \ln k_o \quad (\text{Equação 2})$$

Onde, k<sub>0</sub> é o fator pré-exponencial (dia<sup>-1</sup>), R é a constante universal dos gases (8,314 J (mol K)<sup>-1</sup>) e T é a temperatura absoluta (em K). O coeficiente angular encontrado para esta reta será equivalente ao valor de -Ea/R, assim obtendo-se o valor da energia de ativação.

A partir dos valores de k e de Ea encontrados, é possível estimar a taxa de aumento (k) para amostras armazenadas em outras temperaturas.

Para o cálculo do período de indução, foi utilizado como parâmetro o índice de peróxidos que a legislação brasileira prevê para a manteiga comum de 1,00 mEq kg<sup>-1</sup>, visto que a legislação da manteiga da terra não contempla este limite (BRASIL, 2006). O período de indução nas temperaturas 45 e 60°C foi calculado a partir de modelos de regressão polinomial de segunda ordem utilizando-se dos dados experimentais. Para as temperaturas de 5 e 30°C, o período de indução foi encontrado ao se calcular o parâmetro  $t$  da Equação 1, sendo  $C = 1$  mEq kg<sup>-1</sup> (limite estabelecido pela legislação),  $C_0$  = concentração inicial de peróxidos na amostra e  $k$  = taxa de aumento do índice de peróxidos calculado.

### 3.6 ANÁLISE MICROBIOLÓGICA

Foi realizado o controle microbiológico estabelecido pela Instrução Normativa Nº 30, de 26 de junho de 2001 (BRASIL, 2001), que aprova os Regulamentos Técnicos de Identidade e Qualidade de Manteiga da Terra ou Manteiga de Garrafa; Queijo de Coalho e Queijo de Manteiga.

O número mais provável foi quantificado a partir da metodologia descrita pela American Public Health Association (APHA, 2001). A amostra foi preparada diluindo-se 25g da amostra em 225 mL de água peptonada ( $10^{-1}$ ) e seguintes diluições ( $10^{-2}$ ,  $10^{-3}$ ). O teste presuntivo foi realizado em tubos com caldo LST-Lauril Sulfato Triptose incubados a 35°C por 24-48 h. Se houvesse tubo suspeito, seria transferida uma alçada para realização do teste confirmativo, em tubos contendo caldo E. coli-EC (Coliformes Termotolerantes) incubados em banho-maria a 45,5 °C por 24 h, e em tubos de caldo Verde Brilhante (totais) incubados em estufa a 35 °C por 24-48 h. Os resultados foram expressos em Número Mais Provável por grama (NMP g<sup>-1</sup>).

### 3.7 ANÁLISE SENSORIAL

Para a avaliação sensorial das amostras dos diferentes tratamentos foi empregado o método da Análise Descritiva Quantitativa (ADQ), desenvolvido por Stone et al. (1974) e composto pelas seguintes etapas: pré-seleção dos provadores, desenvolvimento da terminologia descritiva, treinamento, seleção final da equipe de julgadores e avaliação final das amostras.

O trabalho foi submetido ao comitê de ética e pesquisa do Instituto de Educação Superior da Paraíba junto à plataforma Brasil, onde foi emitida certidão provisória para execução das atividades sob o nº 817.998, CAAE: 35439614.6.0000.5184 (ANEXO A).

### 3.7.1 Pré-seleção dos candidatos

Inicialmente foram recrutados 31 julgadores voluntários pertencentes à comunidade da Universidade Federal da Paraíba.

A pré-seleção dos candidatos foi realizada com base no interesse, disponibilidade de tempo, familiaridade com o produto, possibilidade de saúde, bem como na capacidade discriminativa correlacionada à manteiga da terra. Considerou-se, também, a habilidade de exprimir proporcionalidade através da utilização de escalas (DUTCOSKY, 2007).

Inicialmente, os candidatos foram recrutados e submetidos a testes com o objetivo de verificar a sensibilidade mínima necessária para produzirem resultados consistentes e reprodutíveis durante a análise sensorial (DUTCOSKY, 2007).

Os julgadores que se prontificaram para participar do painel sensorial responderam inicialmente a um questionário (APÊNDICE A), com questões pessoais, como faixa etária, gênero, estado civil, grau de escolaridade e, também, sobre o hábito de consumo de manteiga da terra e outros produtos gordurosos, sobre seu estado de saúde e sua disponibilidade de horário. Também foi apresentado um Termo de Consentimento Livre e Esclarecido – TCLE (APÊNDICE B), que foi assinado pelo analista concordando em participar voluntariamente dos testes, conforme exigido pela Resolução nº466 de 12/12/2012 do Conselho Nacional de Saúde.

Esta primeira etapa foi dividida em duas sessões realizadas em dias diferentes. No primeiro dia, foram realizados: o teste de verificação da capacidade visual e a habilidade em usar escalas não estruturadas dos candidatos (avaliadas por meio do teste de figuras geométricas, Figura 6); e o teste de gostos básicos (doce, salgado, ácido, amargo, metálico e umami), no qual foram apresentadas 10 amostras codificadas e foi avaliada a capacidade do provador em distinguir tais gostos (Figura 7).

Figura 6 - Ficha de avaliação da habilidade dos provadores em exprimir proporcionalidade por meio de escala.



UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA - CENTRO DE TECNOLOGIA  
 PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
 TECNOLOGIA DE ALIMENTOS  
 MESTRANDO: LINCOLN PONTES VAZ  
 ORIENTADOR: PROFESSOR DR. RICARDO TARGINO MOREIRA

**Pré-seleção – Análise Descritiva Quantitativa – ADQ**

Nome: \_\_\_\_\_ Data: \_\_\_\_ / \_\_\_\_ / \_\_\_\_

Por favor, marque na linha à direita de cada figura, um trecho que indique a proporção da figura que foi coberta de preto. Não use régua, use apenas sua capacidade visual para avaliar. Não considere as bordas das imagens.

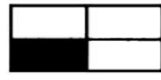
|          |                                                                                     |                                                                                      |
|----------|-------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------|
| a)       |    |    |
| b)       |    |    |
| c)       |   |  |
| Sua vez: |                                                                                     |                                                                                      |
| d)       |  |  |
| e)       |  |  |
| f)       |  |  |
| g)       |  |  |
| h)       |  |  |



Figura 7 - Ficha do teste de reconhecimento de gostos básicos.

| <b>Análise sensorial – Teste de Reconhecimento de Gostos</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                    |                      |                    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------|----------------------|--------------------|
| Nome: _____                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |                    | Data: ____/____/____ |                    |
| <p>Você está recebendo uma série de amostras apresentando os gostos básicos: <b>doce, salgado, amargo, ácido, umami e metálico</b>. Prove cada solução na ordem em que estão apresentadas. Descreva o gosto percebido, registrando sua percepção no quadro abaixo. Enxágue a boca após cada avaliação e aguarde alguns segundos para provar a próxima solução.</p> |                    |                      |                    |
| Nº da Amostra                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      | Descrição do Gosto | Nº da Amostra        | Descrição do Gosto |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |                    |                      |                    |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |                    |                      |                    |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |                    |                      |                    |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |                    |                      |                    |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    |                    |                      |                    |

No segundo dia, foram realizados o teste para avaliar o poder discriminativo sensorial (capacidade de diferenciar amostras) dos julgadores, com uso de teste triangular (Figura 8) e o teste de reconhecimento de odores, no qual foram apresentados os odores dispostos no Quadro 1.

Figura 8 - Ficha do teste triangular.

| <b>Análise sensorial – Teste Triangular</b>                                                                                                                                                                                                                                                                    |             |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------|
| Nome: _____                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | Data: _____ |
| <p>Você está recebendo três amostras codificadas, sendo duas iguais e uma diferente. Prove as amostras, da esquerda para a direita e circule o código da amostra <b>diferente</b>. Enxágue a boca e espere alguns segundos após cada avaliação.</p> <p style="text-align: center; margin-top: 20px;">_____</p> |             |
| <p>Você considerou a amostra diferente por causa:</p> <p>( ) da aparência      ( ) do sabor      ( ) do odor      ( ) da textura</p>                                                                                                                                                                           |             |
| Comentários: _____                                                                                                                                                                                                                                                                                             |             |

Quadro 1 - Substâncias utilizadas para o teste de reconhecimento de odores.

| Substância Odorífera           |
|--------------------------------|
| Creme de Leite                 |
| Margarina                      |
| Manteiga                       |
| Leite                          |
| Manteiga de garrafa            |
| Queijo                         |
| Peixe                          |
| Metálico                       |
| Ranço                          |
| Azeite                         |
| Queimado                       |
| Leite em pó                    |
| Pipoca de milho sabor manteiga |
| Leite Fermentado               |

Após a aplicação dos testes de pré-seleção, dos 31 julgadores voluntários interessados em participar da pesquisa, 22 foram pré-selecionados através dos seguintes requisitos:

- Responderam ao questionário de recrutamento de forma clara sem demonstrar aversão ou algum tipo de alergia ao produto, indicaram disponibilidade de tempo para realização das análises e assinaram o termo de consentimento em participar voluntariamente dos testes;
- Acertaram pelo menos 70% dos testes aplicados.

### 3.7.2 Desenvolvimento da terminologia descritiva e treinamento

Com os 22 julgadores pré-selecionados, foi agendada uma reunião com a presença de todos para discutir os atributos que seriam avaliados, com suas respectivas definições e referências de intensidade para os extremos das escalas de avaliação de cada um desses atributos.

Em consenso com a equipe, foram escolhidos os descritores e suas respectivas referências (Quadro 2). Foi elaborada, então, a ficha de avaliação das amostras com escalas não estruturadas de 9 cm, ancorada nos extremos com os termos clara/escura, pouca/muita e fraco/forte (Figura 9).

Quadro 2 - Definições e referências dos atributos escolhidos para avaliação das amostras.

|           | ATRIBUTO                                         | DEFINIÇÃO                                                                                                      | REFERÊNCIAS                                                                                                                                                              |
|-----------|--------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| APARÊNCIA | <b>COR</b> - Cor amarela                         | Tonalidade da cor amarela característica da manteiga da terra, com variação do amarelo claro ao amarelo escuro | <b>CLARA:</b> manteiga da terra oxidada (estufa a 60°C por 120 dias)<br><b>ESCURA:</b> leite com corante artificial marca mix (tartrazina e amarelo crepúsculo) a 3% v/v |
|           | <b>OPA</b> - Opacidade                           | Grau de não permissão da passagem da luz pela amostra                                                          | <b>POUCA:</b> manteiga da terra oxidada (estufa a 60°C por 120 dias)<br><b>MUITA:</b> gema de ovo de capoeira marca Mr. Caipira                                          |
|           | <b>HOM</b> - Homogeneidade                       | Visual uniforme, presença de uma só fase contínua, ausência de grânulos                                        | <b>POUCA:</b> manteiga da terra da marca Santo Expedito<br><b>MUITA:</b> azeite extra virgem marca Carrefour                                                             |
|           | <b>VV</b> - Viscosidade visual                   | É a propriedade de resistência ao escoamento percebida no frasco em que a mostra está contida                  | <b>POUCA:</b> leite marca Piracanjuba<br><b>MUITA:</b> leite condensado marca Piracanjuba                                                                                |
| ODOR      | <b>OMT</b> - Característico da manteiga da terra | Odor característico de manteiga da terra.                                                                      | <b>FRACO:</b> manteiga marca Itacolomy<br><b>FORTE:</b> manteiga da terra recém-produzida                                                                                |
|           | <b>OR</b> - Ranço                                | Intensidade de odor característico de gordura oxidada.                                                         | <b>FRACO:</b> manteiga marca Itacolomy<br><b>FORTE:</b> manteiga da terra oxidada (estufa a 60°C por 120 dias)                                                           |
| SABOR     | <b>SMT</b> - Característico de manteiga da terra | Intensidade de sabor característico da manteiga da terra.                                                      | <b>FRACO:</b> manteiga marca Itacolomy<br><b>FORTE:</b> manteiga da terra marca Sabor da Terra                                                                           |
|           | <b>SA</b> - Ácido                                | Gosto ácido percebido no instante em que a manteiga da terra entra em contato com as papilas gustativas        | <b>FRACO:</b> leite integral marca Piracanjuba<br><b>FORTE:</b> coalhada sem açúcar marca Produtos do Sítio                                                              |
|           | <b>SR</b> - Ranço                                | Intensidade do sabor característico de gordura oxidada.                                                        | <b>FRACO:</b> manteiga marca Itacolomy<br><b>FORTE:</b> manteiga da terra marca JM produzida há 120 dias.                                                                |
| TEXTURA   | <b>VIS</b> - Viscosidade                         | É a propriedade de resistência ao escoamento sentida na boca                                                   | <b>POUCA:</b> leite integral marca Piracanjuba<br><b>MUITA:</b> leite condensado marca Piracanjuba                                                                       |
|           | <b>GRA</b> - Granulosidade                       | Presença de grânulos ou partículas sentidas na boca                                                            | <b>POUCA:</b> azeite extra virgem marca Carrefour<br><b>MUITA:</b> manteiga da terra marca Santo Expedito                                                                |

Figura 9 - Ficha de avaliação sensorial de manteiga da terra.

| <b>FICHA DE AVALIAÇÃO SENSORIAL DE MANTEIGA DA TERRA</b>                                                                                                                                                                                                                                       |                                                               |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------|
| <b>Nome:</b> _____                                                                                                                                                                                                                                                                             | <b>Data</b> ____/____/____                                    |
| <p>Serão avaliadas amostras de manteiga da terra. No lado esquerdo, enumere a amostra que será avaliada e, na escala, indique com um traço vertical o ponto que melhor reflete a sua resposta em relação aos atributos. Entre uma amostra e outra, coma o biscoito e lave a boca com água.</p> |                                                               |
| <b>APARÊNCIA</b>                                                                                                                                                                                                                                                                               |                                                               |
| <b>Nº da Amostra</b>                                                                                                                                                                                                                                                                           | <b>COR - Cor Amarela</b>                                      |
| _____                                                                                                                                                                                                                                                                                          | -----                                                         |
| _____                                                                                                                                                                                                                                                                                          | -----                                                         |
| _____                                                                                                                                                                                                                                                                                          | -----                                                         |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                | <b>CLARA</b> <span style="float: right;"><b>ESCURA</b></span> |
| <b>Nº da Amostra</b>                                                                                                                                                                                                                                                                           | <b>OPA - Opacidade</b>                                        |
| _____                                                                                                                                                                                                                                                                                          | -----                                                         |
| _____                                                                                                                                                                                                                                                                                          | -----                                                         |
| _____                                                                                                                                                                                                                                                                                          | -----                                                         |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                | <b>POUCA</b> <span style="float: right;"><b>MUITA</b></span>  |
| <b>Nº da Amostra</b>                                                                                                                                                                                                                                                                           | <b>HOM - Homogeneidade</b>                                    |
| _____                                                                                                                                                                                                                                                                                          | -----                                                         |
| _____                                                                                                                                                                                                                                                                                          | -----                                                         |
| _____                                                                                                                                                                                                                                                                                          | -----                                                         |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                | <b>POUCA</b> <span style="float: right;"><b>MUITA</b></span>  |
| <b>Nº da Amostra</b>                                                                                                                                                                                                                                                                           | <b>VV – Viscosidade Visual</b>                                |
| _____                                                                                                                                                                                                                                                                                          | -----                                                         |
| _____                                                                                                                                                                                                                                                                                          | -----                                                         |
| _____                                                                                                                                                                                                                                                                                          | -----                                                         |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                | <b>POUCA</b> <span style="float: right;"><b>MUITA</b></span>  |
| <b>ODOR</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                    |                                                               |
| <b>Nº da Amostra</b>                                                                                                                                                                                                                                                                           | <b>OMT - Característico da manteiga da terra</b>              |
| _____                                                                                                                                                                                                                                                                                          | -----                                                         |
| _____                                                                                                                                                                                                                                                                                          | -----                                                         |
| _____                                                                                                                                                                                                                                                                                          | -----                                                         |
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                | <b>FRACO</b> <span style="float: right;"><b>FORTE</b></span>  |

Figura 9 - Ficha de avaliação sensorial de manteiga da terra (continuação...)

|                |                                                              |
|----------------|--------------------------------------------------------------|
| Nº da Amostra  | <b>OR - Ranço</b>                                            |
| _____          | -----                                                        |
| _____          | -----                                                        |
| _____          | -----                                                        |
|                | <b>FRACO</b> <span style="float: right;"><b>FORTE</b></span> |
| <b>SABOR</b>   |                                                              |
| Nº da Amostra  | <b>SMT - Característico de manteiga da terra</b>             |
| _____          | -----                                                        |
| _____          | -----                                                        |
| _____          | -----                                                        |
|                | <b>FRACO</b> <span style="float: right;"><b>FORTE</b></span> |
| Nº da Amostra  | <b>SA - Ácido</b>                                            |
| _____          | -----                                                        |
| _____          | -----                                                        |
| _____          | -----                                                        |
|                | <b>FRACO</b> <span style="float: right;"><b>FORTE</b></span> |
| Nº da Amostra  | <b>SR - Ranço</b>                                            |
| _____          | -----                                                        |
| _____          | -----                                                        |
| _____          | -----                                                        |
|                | <b>FRACO</b> <span style="float: right;"><b>FORTE</b></span> |
| <b>TEXTURA</b> |                                                              |
| Nº da Amostra  | <b>VIS - Viscosidade</b>                                     |
| _____          | -----                                                        |
| _____          | -----                                                        |
| _____          | -----                                                        |
|                | <b>POUCA</b> <span style="float: right;"><b>MUITA</b></span> |
| Nº da Amostra  | <b>GRA - Granulosidade</b>                                   |
| _____          | -----                                                        |
| _____          | -----                                                        |
| _____          | -----                                                        |
|                | <b>POUCA</b> <span style="float: right;"><b>MUITA</b></span> |

Nas condições ideais de análise, com cabines individuais, foram conduzidas três sessões de treinamento, nas quais foram avaliadas cinco amostras diferentes de manteiga da terra, entre elas quatro comerciais e a manteiga deste presente estudo. Durante as sessões, os provadores tiveram à sua disposição uma lista com as definições dos termos descritivos e foram orientados a avaliar as amostras de referência de cada atributo (padrões) antes da avaliação das amostras em estudo.

### **3.7.3 Seleção final da equipe de julgadores**

Após as sessões de treinamento, foi realizada uma sessão para a seleção final da equipe de julgadores, na qual a equipe deveria avaliar três amostras de manteiga da terra, sendo duas comerciais e uma amostra do presente estudo. A sessão foi realizada em triplicata e com apresentação de forma monádica das amostras. Os dados coletados foram tabulados e submetidos à Análise de Variância (ANOVA) de dois fatores (amostra e repetição) por provador, para cada descritor avaliado. Foram considerados aptos a fazerem parte da equipe final, 14 provadores, que demonstraram bom poder de discriminação entre amostras ( $p_{amostra} < 0,50$ ), boa reprodutibilidade ( $p_{repetição} > 0,050$ ) e concordância com o restante da equipe (DAMASIO; COSTELL, 1991).

### **3.7.4 Avaliação das amostras**

A equipe treinada, composta por 14 julgadores, avaliou as 13 amostras do estudo, sempre em triplicata. As amostras foram acondicionadas em estufa a 30°C até estabilização da temperatura e servidas de forma monádica e em blocos completos casualizados, em copos plásticos descartáveis de 50 mL codificados com números aleatórios de três dígitos. Os copos plásticos continham 5 mL da amostra e, junto, foram disponibilizados pão de forma tradicional, cortado em quadrados de 5x5 cm para os atributos de sabor, água e bolacha de água e sal.

Para evitar a fadiga sensorial, foram avaliadas no máximo cinco amostras por sessão, totalizando nove sessões. A intensidade dos atributos das amostras foi avaliada em escalas não estruturadas de 9 cm, ancoradas nos extremos, utilizando-se o mesmo modelo de ficha utilizado nos treinamentos e na seleção final dos provadores (Figura 9).

Os dados obtidos foram tabulados e submetidos à ANOVA para análise de três efeitos (amostra, provador, interação amostra x provador) segundo recomendações de Ellendersen e Wosiacki (2010).

Os atributos avaliados foram: a) aparência: cor amarela, opacidade, homogeneidade e viscosidade visual; b) odor: característico de manteiga da terra e de ranço; c) sabor: característico de manteiga da terra, ácido e de ranço; d) textura: viscosidade e granulabilidade.

Os resultados médios dos atributos sensoriais da manteiga da terra nos tempos e temperaturas estudados estão dispostos no APÊNDICE C.

### 3.8 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados foram submetidos à ANOVA com 5% de significância em delineamento em blocos com repetições para cada parâmetro estudado. E quando houve diferença significativa na análise de variância, os dados foram submetidos ao teste de médias de Tukey. Foi utilizado o programa estatístico Assistat, versão 7.6 beta (SILVA; AZEVEDO, 2002).

A análise de correlação linear de Pearson foi realizada para 13 tratamentos ao nível de significância  $p \leq 0,05$ , com o valor de R de 0,684 (DUTCOSKY, 2007). O programa utilizado foi o mesmo Assistat e os valores de R entre médias dos parâmetros físico-químicos e sensoriais da manteiga da terra estão dispostos no APÊNDICE D.

## REFERÊNCIAS

- AMBRÓSIO, C. L. B.; GUERRA, N. B.; MANCINI FILHO, J. Características de identidade, qualidade e estabilidade da manteiga de garrafa. parte I – características de identidade e qualidade. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 21, n. 3, p. 314–320, 2001.
- AMBRÓSIO, C. L. B.; GUERRA, N. B.; MANCINI FILHO, J. Características de identidade, qualidade e estabilidade da manteiga de garrafa. Parte II - estabilidade. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 23, n. 3, p. 351–354, 2003.
- AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION (APHA). **Compendium of Methods for the Microbiological Examination of Foods**. 4 ed. Washington, DC, 2001.
- ANTONIASSI, R. Métodos de avaliação da estabilidade oxidativa de óleos e gorduras. **Boletim do CEPPA**, v. 19, n. 2, p. 353–380, 2001.
- AOAC. ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official Methods of Analysis**. Gaithersburg, MD, USA, 2010.
- ARAÚJO, V. J. A. de. **Qualidade da manteiga de garrafa comercializada às margens da br-230 no estado da paraíba**. 2011. Dissertação (Mestrado em Medicina Veterinária) – Universidade Federal de Campina Grande.
- BERSET, C.; CUVELIER, M.-E. **Sciences des Aliments**, v 16, p. 219, 1996.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Instrução Normativa nº 30 de 26 de junho de 2001** - Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade da Manteiga de Garrafa; Queijo de Coalho e Queijo de Manteiga.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Instrução Normativa nº 68, de 12 de dezembro de 2006**. Oficializa os Métodos Analíticos Oficiais Físico-Químicos, para Controle de Leite e Produtos Lácteos, em conformidade com o anexo desta Instrução Normativa, determinando que sejam utilizados nos Laboratórios Nacionais Agropecuários. Diário Oficial da União, Brasília, 14 de dezembro de 2006, Seção I, p. 8.
- CARVALHO, M. L. B. de. **Avaliação da estabilidade termo-oxidativa do óleo das sementes de quiabo**. 2011. Dissertação (Mestrado) – UFPB/CCEN.
- CHRISTIE, W. W. **Lipid Analysis**. 3a. ed. The Oily Press: Bridgwater, UK, 2003.



CIE - Commission Internationale de l'Éclairage. **Colorimetry**. Part 4: CIE 1976 (L\*a\*b\*) System. 2nd ed. Vienna; 1986. CIE no. 15.2.

CLEMENTE, M. das G.; ABREU, L. R. de. Caracterização química, físico-química e rancidez oxidativa de manteiga de garrafa. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 32, n. 2, p. 493–496, 2008.

CLEMENTE, M. das G.; ABREU, L. R. de; PINTO, S. M.; REZENDE, C. P. A. Perfil Dos ácidos Graxos de “Manteigas de Garrafa” Produzidas Na Região de Salinas - Minas Gerais. **Ciência e agrotecnologia**, v. 33, n. 6, p. 1615–1620, 2009.

CODEX STANDARD. **Codex standard for milk fat products** – Codex Stan 280 - 1973.

CORDEIRO, A. M. T. de M. **Desenvolvimento de bioaditivos antioxidantes para otimização da estabilidade oxidativa de óleos comestíveis**. 2013. Tese (Doutorado). Universidade Federal da Paraíba.

DAMASIO, 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.

DUTCOSKY, S. D. **Análise sensorial de alimentos**. 2. ed. Curitiba: Champagnat, 2007.

ELLENDERSEN, L. S. N.; WOSIACKI, G. **Análise sensorial descritiva quantitativa: estatística e interpretação**. Ponta Grossa: Editora UEPG, 2010.

EL-SHOORBAGY, G. A.; EL-ZAHAR, K. M. Oxidative stability of ghee as affected by natural antioxidants extracted from food processing wastes. **Annals of Agricultural Sciences**, v. 59, n. 2, p. 213–220, dez. 2014.

FEARON, A. M.; MAYNE, C. S.; CHARLTON, C. T. Effect of naked oats in the cow's diet on the oxidative stability of the milk fat. **Journal of Science of Food and Agriculture**, v. 76, p. 546–552, 1998.

FOLCH, J.; LESS, M.; STANLEY, S. A simple method for the isolation and purification of total lipids from animal tissues. **Journal of Biological Chemistry**, v. 226, p. 497–509, 1957.

FURTADO, R. F.; ALVES, C. R.; OLIVEIRA, P. de F. Estudo da estabilidade da manteiga da terra em embalagem de sisal. **Revista Ciencia Agronômica**, v. 37, n. 3, p. 304–307, 2006.

FRANKEL, E. N.; MEYER, A. S. The problems of using one-dimensional methods to evaluate multifunctional food and biological antioxidants. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 80, p. 1925–41, 2000.

GANGULI, N. C.; JAIN, M. K. Ghee: its chemistry, processing and technology. **Journal of Dairy Science**, v. 56, p. 19–25, 1972.

GUNSTONE, F. D. **Chemistry of oils and fats** – sources, composition, properties and uses. Carlton South: Blackwell Publishing, 2004. 288 p.

ICHIHARA, K.; SHIBAHARA, A.; YAMAMOTO, K.; NAKAYAMA, T. 1996. An improved method for rapid analysis of the fatty acids of glycerolipids. **Lipids**, v. 31, p. 535–539.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4. ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008.

Labuza, T. P. Application of chemical kinetics of deterioration of foods. **Journal of Chemical Editor**, v. 61, n. 4, p. 348–352, 1984.

MACHADO, B. A. S.; DRUZIAN, J. I. Análise da estabilidade e da composição em ácidos graxos em manteiga de garrafa produzida artesanalmente Stability and fatty acids composition evaluation in bottled butter craftsmanly produced. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, v. 68, n. 2, p. 201–8, 2009.

MALLIA, S. **Oxidative stability and aroma of ufa/cia (unsaturated fatty acids/conjugated linoleic acid) enriched butter**. Facoltà di Agraria di Catania, Italy, 2008.

MEHTA, B. M.; DARJI, V. B.; APARNATHI, K. D. Comparison of Five Analytical Methods for the Determination of Peroxide Value in Oxidized Ghee. **Food Chemistry**, v. 185, p. 449–453, abr. 2015.

NASSU, R. T.; ARAÚJO, R. dos S.; BORGES, M. de F.; LIMA, J. R.; MACÊDO, B. A.; LIMA, M. H. P.; BASTOS, M. do S. R. **Diagnóstico das condições de processamento de produtos regionais do leite no Estado do Ceará**. Fortaleza : Embrapa Agroindústria Tropical, 2001.

NASSU, T. R.; ARAÚJO, R. S.; GUEDES C. G. M.; ROCHA. G. de A. **Diagnóstico das condições de processamento e caracterização físico-química de queijos regionais e manteiga no Rio Grande do Norte**. Fortaleza: Embrapa Agroindústria Tropical, 2003.

NASSU, R. T. Stored in Different Packagings. **Revista Ciência Agronômica**, v. 35, n. 1, p. 110–115, 2004.

ORDÓÑEZ, J. A. **Tecnologia de alimentos: alimentos de origem animal**. Porto Alegre: Artmed, 2005.

ÖZKANLI, O.; KAYA, A. Storage stability of butter oils produced from sheep's non-pasteurized and pasteurized milk. **Food Chemistry**, v. 100, n. 3, p. 1026–1031, 2007.

RIBEIRO, E. P.; SERAVALLI, E. A. G. **Química de alimentos**. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2007.

ROSMINI, M. R.; PERLO, F.; PÉREZ-ALVAREZ, J. A.; PAGÁN-MORENO, M. J.; GAGO-GAGO, A.; LÓPEZ-SANTOVEÑA, F.; ARANDA-CATALÁ, V. TBA test by an extractive method applied to “paté”. **Meat Science**, v. 42, n. 1, p. 103–110, 1996.

SANTOS, E. P. **Estabilidade química de manteiga da terra**. 1995. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal da Paraíba.

SHAHIDI, F.; ZHONG, Y. Lipid oxidation and improving the oxidative stability. **Chemical Society Reviews**, v. 39, n. 11, p. 4067–4079, 2010.

SILVA, F. A. M.; BORGES, M. F. M.; FERREIRA, M. A. Métodos para avaliação do grau de oxidação lipídica e da capacidade antioxidante. **Química Nova**, v. 22, n. 1, p. 94–103, 1999.

SILVA, F. de A. S. E.; AZEVEDO, C. A. V. Versão do programa computacional Assistat para o sistema operacional Windows. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 4, n. 1, p. 71–78, 2002.

SILVA, L. J. e. **Qualidade microbiológica e condições de comercialização na manteiga de garrafa comercializada no município de Petrolina-PE**. 2009. Monografia (graduação) – UFERSA.

SMOUSE, T. **Factors affecting oil quality and stability**. Champaign, IL: AOCS, p. 17, 1995.

SOARES, J.; MADRUGA, M. S.; ALDRIGUE, M. L.; FIOREZE, R. **Aspectos da ciência e tecnologia de alimentos**. João Pessoa: Editora Universitária/UFPB/Ideia, 2003.

SOARES, K. M. de P.; AROUCHA, E. M. M.; GÓIS, V. A. de; ABRANTES, M. R.; ROCHA, M. de O. C.; SILVA, J. B. A. da. Avaliação da qualidade microbiológica de manteigas de garrafa comercializadas no município de Mossoró, RN. **Acta Veterinária Brasilica**, v. 3, n. 3, p. 143–146, 2009.

SOMMERFELD, M. Trans unsaturated fatty acids in natural products and processed foods. **Progress in Lipid Research**, v. 22, p. 221–33, 1983.

SOUZA, A. P. B. de A. **Processamento e qualidade de manteiga da terra elaborada com creme do leite de cabra**. 2011. Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal da Paraíba

STONE, H.; SIDEL, J.; OLIVER, S.; WOOLSEY, A.; SINGLETON, R. C. Sensory evaluation by Quantitative Descriptive analysis. **Food Technology**, v. 28, n. 11, p. 24–34, 1974.

VISENTAINER, J. V.; FRANCO, M. R. B. **Ácidos graxos em óleos e gorduras: identificação e quantificação**. São Paulo: Varela, 2006.

WISOWICZ, E.; GRAMZA, A.; HES, M.; JELEŃ, H. H.; KORCZAK, J.; MALECKA, M. Oxidation of lipids in food. **Polish Journal of Food and Nutrition Sciences**, v. 13, p. 87–100, 2004.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 ARTIGO

O artigo foi submetido à Revista Ciência Agronômica do Centro de Ciências Agrárias - Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, CE ([www.ccarevista.ufc.br](http://www.ccarevista.ufc.br)).

#### **Caracterização físico-química e sensorial e estabilidade térmica da manteiga da terra durante armazenamento controlado<sup>1</sup>**

Physicochemical and sensory characterization and thermal stability of “manteiga da terra” during controlled storage

Lincoln Pontes Vaz<sup>2\*</sup>, Esmeralda Paranhos dos Santos<sup>2</sup>, Ricardo Targino Moreira<sup>2</sup>

---

\* Autor para correspondência

<sup>1</sup> Parte da Dissertação de Mestrado do primeiro autor, apresentado ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal da Paraíba

<sup>2</sup> Departamento de Engenharia de Alimentos, Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa – PB, Brasil, [lincolnpontes@hotmail.com](mailto:lincolnpontes@hotmail.com), [ricardo.ufpb@gmail.com](mailto:ricardo.ufpb@gmail.com), [esmeraldaparanhos@ig.com.br](mailto:esmeraldaparanhos@ig.com.br)

**RESUMO** – A manteiga da terra é uma forma de gordura anidra do leite de vaca característica da região nordeste brasileira e similar ao *butteroil* e ao *ghee*. Foram avaliadas a estabilidade térmica e as alterações nos perfis físico-químicos e sensoriais de manteiga da terra durante o armazenamento em temperaturas de 5, 30, 45 e 60°C nos tempos 0, 14, 28, 42 e 56 dias. O produto elaborado atendeu aos parâmetros estabelecidos pela legislação brasileira e sua composição em ácidos graxos foi similar à encontrada na literatura para o produto. Durante o armazenamento, foram notórios os aumentos no índice de acidez, no índice de peróxidos e no valor de TBARS, em especial para as amostras condicionadas a temperaturas mais elevadas. Na cor objetiva, constatou-se uma redução na tonalidade do amarelo, conforme avançava-se o processo oxidativo. A energia de ativação encontrada para o sistema foi de 50,2 kJ mol<sup>-1</sup> e o período de indução (em dias) foi de 103 para 30°C, 52 para 45°C e 26 para 60°C. Na análise sensorial, as amostras mantidas a 60°C por 56 dias foram as que apresentaram os menores escores para tonalidade da cor amarela, opacidade, odor e sabor característicos e viscosidade. Os resultados do estudo indicaram que a manteiga da terra é um produto estável por um longo período de tempo em condições normais de estocagem.

**Palavras-chave:** Gordura anidra do leite. Manteiga de garrafa. Rancificação. Teste de estufa. Análise descritiva quantitativa.

**ABSTRACT** – “Manteiga da terra” is a form of anhydrous cow’s milk fat traditional in the northeast of Brazil and similar to butteroil and ghee. Thermal stability and changes in physicochemical and sensory profiles of “manteiga da terra” were evaluated during storage temperatures of 5, 30, 45 and 60°C at 0, 14, 28, 42 and 56 days. The product met the standards established by the brazilian legislation and its fatty acids composition were similar to those found in the literature for the product. During storage, there were notable increases in acid value, in peroxide value and in TBARS value, especially for the samples conditioned at higher temperatures. Related to the objective color, it was observed a decrease in yellow tone as the oxidation process advanced. The activation energy found for the system was 50.2 kJ.mol<sup>-1</sup> and the induction period (in days) was 103 to 30°C, 52 to 45°C and 26 to 60°C. In the sensory analysis, the samples kept at 60°C for 56 days were those that had the lowest scores for yellow tone color, opacity, characteristic odor and taste and viscosity. The results indicated that the “manteiga da terra” is a stable product for a long period under normal storage conditions.

**Keywords:** Anhydrous milk fat. Rancidity. Oven test. Physical-chemical analysis. Quantitative descriptive analysis.

## INTRODUÇÃO

A manteiga da terra é uma gordura anidra do leite de vaca que foi submetida a processamento térmico durante sua elaboração. Este produto é característico da região nordeste brasileira e assemelha-se ao “*butteroil*”, ao “*ghee*” indiano e ao “*smen*” africano.

Este produto, em geral, é produzido em pequenas quantidades por produtores informais que utilizam tecnologias diversas de produção provenientes de tradições familiares (NASSU, 2004; SOARES et al., 2009).

Com composição rica em lipídeos, a manteiga da terra é susceptível a dois tipos de rancificação: a hidrolítica (ou lipólise), favorecida pela presença de lipases na gordura do leite e que resultará no aumento nos níveis de ácidos graxos livres; e a oxidativa, reação que ocorre nos ácidos graxos insaturados, os quais representam de 23,9 a 39,6% do total de ácidos graxos presentes na manteiga da terra (CLEMENTE et al., 2009; MACHADO; DRUZIAN, 2009).

Os processos de rancificação são os principais responsáveis pelas alterações indesejáveis na aparência, sabor, odor e textura de gorduras (ÖZKANLI; KAYA, 2007). Além disso, provocam redução na qualidade nutricional e criam vários problemas de estabilidade no armazenamento. Deste modo, essas transformações devem ser encaradas com preocupação pela indústria de laticínios devido ao impacto econômico que pode ser gerado (ÖZKANLI; KAYA, 2007; RIBEIRO; SERAVALLI, 2007; MEHTA; DARJI; APARNATHI, 2015).

O teste de estufa é um método eficaz para medir a resistência à rancificação de uma amostra. Neste método, as amostras são colocadas em estufas com aquecimento e analisadas periodicamente. Ao se detectar o primeiro sinal de rancidez ou de alteração no índice de peróxidos, determina-se o período de indução, medido em dias. O método de estufa simula o menor grau de oxidação da amostra, apresentando correlação com o ensaio de vida útil (SILVA; BORGES; FERREIRA, 1999; FRANKEL; MEYER, 2000; ANTONIASSI, 2001).

A literatura acerca da manteiga da terra é escassa, o que dificulta o controle do produto e possibilita fraudes em sua elaboração. São necessárias abordagens mais aprofundadas em relação às mudanças físico-químicas e sensoriais que ocorrem concomitantes à rancificação, em especial as alterações sensoriais que, quando utilizados painéis treinados, são extremamente sensíveis (SILVA; BORGES; FERREIRA, 1999).

Neste estudo, objetivou-se avaliar a estabilidade térmica e acompanhar as alterações nos perfis físico-químicos e sensoriais ocasionadas pela rancificação da manteiga da terra durante armazenamento em condições de teste acelerado com temperaturas controladas.



## **MATERIAL E MÉTODOS**

### **Preparação das amostras de manteiga da terra**

A manteiga da terra foi elaborada em uma indústria de laticínios da cidade de Paulista, na Paraíba. A produção ocorreu de acordo com o que preconiza a legislação do MAPA (BRASIL, 2001), com aquecimento do creme de leite a temperaturas entre 110 e 120°C sob agitação até completa fusão e quase total eliminação da água, com posterior decantação e filtração para retirar a borra e, então, realizar o envase.

A manteiga da terra foi acondicionada em recipientes de vidro, com tampas rosqueáveis que continham 100 g do produto. Os recipientes foram armazenados sob quatro diferentes condições: a  $5\pm1^{\circ}\text{C}$  em refrigerador e em estufas sem circulação de ar a  $30\pm1^{\circ}\text{C}$ , a  $45\pm1^{\circ}\text{C}$  e a  $60\pm1^{\circ}\text{C}$ . Todas as amostras foram submetidas às análises físico-químicas e microbiológicas e as amostras mantidas a 30, 45 e 60°C foram submetidas à análise sensorial. Todas as análises foram realizadas em triplicata.

### **Análises físico-químicas**

O teor de umidade e as determinações de sólidos não gordurosos e de lipídeos foram determinados de acordo com a IN Nº 68 de 12/12/2006 do MAPA (BRASIL, 2006). Em paralelo, o teor de umidade foi estimado por infravermelho utilizando o analisador de umidade da marca Ohaus, modelo MB 45 (EUA) e o teor de lipídeos foi realizado seguindo os procedimentos descritos por Folch, Less e STANLEY (1957).

A acidez foi determinada de acordo com as técnicas descritas nas Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2008) e o resultado foi expresso em soluto alcalino normal %. Foram analisados os tempos 0, 14, 28, 42 e 56 dias.

O índice de peróxidos foi determinado de acordo com a metodologia da AOAC (2000). Nesta análise, quantificaram-se todas as substâncias que oxidam o iodeto de potássio em termos de miliequivalentes de peróxido por 1000 g de amostra. Foram analisados os tempos: 0, 14, 28, 42 e 56 dias.

A avaliação do valor de TBARS foi realizada conforme método proposto por Rosmini et al. (1996) adaptado. O teor de malonaldeído (MDA) foi quantificado com o auxílio de uma curva padrão de tetraetoxipropano (TEP) e o resultado foi expresso em mg de malonaldeído por kg da manteiga da terra. Foram analisados os tempos 0, 28 e 56 dias.

A cor objetiva foi determinada utilizando-se um colorímetro digital (Konica Minolta, modelo Chroma Meter CR-400/410, Osaka, Japão), iluminante D65, especular incluída, para a leitura dos parâmetros  $L^*$  (luminosidade),  $a^*$  (intensidade de vermelho) e  $b^*$  (intensidade de amarelo), conforme especificações da Comissão Internationale de L'éclairage (CIE, 1986). As medidas foram tomadas em pontos distintos das amostras previamente homogeneizadas e mantidas a 30°C. Foram analisados os tempos 0, 14, 28, 42 e 56 dias.

### Perfil de ácidos graxos

Para a transesterificação dos ácidos graxos da amostra foi utilizada a metodologia LMLR-L2.1 (CHRISTIE, 2003; ICHIHARA et al., 1996). A identificação e quantificação dos ésteres de ácidos graxos foram realizadas em cromatógrafo gasoso (CG-FID HP6890-Agilent), equipado com detector de ionização de chama e coluna capilar de sílica fundida (100m, d.i 0,25mm, espessura do filme da fase estacionária de 0,5  $\mu$ m). Foi utilizado como gás de arraste o hélio na vazão de 1 mL.min<sup>-1</sup>. A temperatura inicial do forno foi de 40°C com uma taxa de aumento de 10°C.min<sup>-1</sup> até a temperatura de 180°C, na qual permaneceu por 30 min, quando voltou a subir na mesma taxa até atingir 240°C e assim permaneceu por 34 min, totalizando 86 min de corrida. A temperatura do injetor foi mantida em 250°C e a do detector em 260°C. Aliquotas de 1,0 mL do extrato esterificado foram injetadas em injetor tipo Split/Splitless. Os cromatogramas foram registrados no *EZChrom Elite Compact Software*. Os ácidos graxos foram identificados por comparação dos tempos de retenção dos ésteres metílicos das amostras com padrões Mix C4-C24 (18919-1AMP, Supelco).

Os ácidos graxos foram quantificados por normalização das áreas dos ésteres metílicos e o resultado expresso em g.100g<sup>-1</sup> de lipídeos, calculados a partir do padrão interno éster metílico do ácido nonadecanóico (C19:0) que foi utilizado (VISENTAINER E FRANCO, 2006).

### Modelo cinético de Arrhenius e período de indução

Para estimar os parâmetros de taxa de aumento do índice de peróxidos ( $k$ , em dia<sup>-1</sup>) e a energia de ativação ( $E_a$ , em kJ.mol<sup>-1</sup>), utilizou-se do log da equação derivada para processos de primeira ordem (Equação 1), pois assim se comportaram as amostras neste estudo.

$$\ln[C] = \ln[C_0] + k \times t \quad (\text{Equação 1})$$

Sendo C o índice de peróxidos (mEq kg<sup>-1</sup> de amostra), Co o índice inicial de peróxidos (mEq kg<sup>-1</sup> de amostra) e t o tempo em dias. Plotando ln[C] em função do tempo (ln[C] × t) para cada temperatura, o coeficiente angular da reta obtida será correspondente ao valor de k.

Para encontrar a energia de ativação (Ea), utilizou-se do log da equação de Arrhenius (Equação 2), plotando ln(k) em função do inverso da temperatura (ln (k) × 1/T).

$$\ln \left( k = k_0 \times e^{\frac{-E_a}{RT}} \right) \rightarrow \ln k = -\frac{E_a}{RT} + \ln k_0 \quad (\text{Equação 2})$$

Onde, k<sub>0</sub> é o fator pré-exponencial (dia<sup>-1</sup>), R é a constante universal dos gases (8,314 J (mol K)<sup>-1</sup>) e T é a temperatura absoluta (em K). O coeficiente angular encontrado para esta reta será equivalente ao valor de -Ea/R, assim obtendo-se o valor da energia de ativação.

A partir dos valores de k e de Ea encontrados, foi possível estimar a taxa de aumento (k) para amostras armazenadas a outras temperaturas.

Para o cálculo do período de indução, foi utilizado como parâmetro o índice de peróxidos que a legislação brasileira prevê para a manteiga comum de 1,00 mEq kg<sup>-1</sup>, visto que a legislação da manteiga da terra não contempla este limite (BRASIL, 2006). O período de indução nas temperaturas 45 e 60°C foi calculado a partir de modelos de regressão polinomial de segunda ordem utilizando-se dos dados experimentais. Para as temperaturas de 5 e 30°C, o período de indução foi encontrado calculando-se o parâmetro t da Equação 1, sendo C igual a 1 mEq kg<sup>-1</sup> (limite estabelecido pela legislação), Co, a concentração inicial de peróxidos na amostra, e k, a taxa de aumento do índice de peróxidos anteriormente calculada.

### **Análise microbiológica**

Foi realizado o controle microbiológico de coliformes a 35 e a 45°C, como estabelecido pela Instrução Normativa Nº 30, de 26 de junho de 2001 (BRASIL, 2001). O número mais provável foi quantificado a partir da metodologia descrita pela American Public Health Association (APHA, 2001). Os resultados foram expressos em Número Mais Provável por grama (NMP g<sup>-1</sup>) a partir de tabela correspondente.

### **Análise sensorial**

Foi empregado o método da Análise Descritiva Quantitativa (ADQ) desenvolvido por

Stone et al. (1974), composto pelas etapas de pré-seleção dos julgadores, desenvolvimento da terminologia descritiva, treinamento, seleção final da equipe de julgadores e avaliação das amostras. O trabalho foi submetido ao comitê de ética e pesquisa do Instituto de Educação Superior da Paraíba junto à plataforma Brasil, CAAE: 35439614.6.0000.5184.

A equipe foi composta por 14 julgadores treinados, que avaliaram as 13 amostras do estudo, sempre em triplicata, para os atributos relacionados no Quadro 1.

Quadro 1 - Definições dos atributos escolhidos para avaliação das amostras

|                  |                                                  |                                                                                                                 |
|------------------|--------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <b>Aparência</b> | <b>Cor amarela</b>                               | Tonalidade da cor amarela característica da manteiga da terra, com variação do amarelo claro ao amarelo escuro. |
|                  | <b>Opacidade</b>                                 | Grau de não permissão da passagem da luz pela amostra.                                                          |
|                  | <b>Homogeneidade</b>                             | Visual uniforme, presença de uma só fase contínua, ausência de grânulos.                                        |
|                  | <b>Viscosidade visual</b>                        | É a propriedade de resistência ao escoamento percebida no frasco em que a mostra está contida.                  |
| <b>Odor</b>      | <b>Odor característico da manteiga da terra</b>  | Odor característico de manteiga da terra.                                                                       |
|                  | <b>Odor de ranço</b>                             | Intensidade de odor característico de gordura oxidada.                                                          |
| <b>Sabor</b>     | <b>Sabor característico de manteiga da terra</b> | Intensidade de sabor característico da manteiga da terra.                                                       |
|                  | <b>Sabor ácido</b>                               | Gosto ácido percebido no instante em que a manteiga da terra entra em contato com as papilas gustativas.        |
|                  | <b>Sabor de ranço</b>                            | Intensidade do sabor característico de gordura oxidada.                                                         |
| <b>Textura</b>   | <b>Viscosidade</b>                               | É a propriedade de resistência ao escoamento sentida na boca.                                                   |
|                  | <b>Granulosidade</b>                             | Presença de grânulos ou partículas sentidas na boca.                                                            |

As amostras foram apresentadas de forma monádica e em blocos completos casualizados, em copos plásticos descartáveis de 50 mL codificados com números aleatórios de três dígitos. Os copos continham 5 mL da amostra e foram servidos com pão de forma tradicional, cortado em quadrados de 5x5 cm, água e bolacha de água e sal. A intensidade dos atributos das amostras foi avaliada em escalas não estruturadas de 9 cm, ancoradas nos extremos.

Os dados obtidos foram tabulados e submetidos à análise de variância (ANOVA) para análise de três efeitos (amostra, provador, interação amostra x provador) segundo recomendações de Ellendersen e Wosiacki (2010).

### Análise estatística

Os dados foram submetidos à análise de variância (ANOVA) com 5% de significância em delineamento em blocos com repetições para cada parâmetro estudado. E quando houve diferença significativa na análise de variância, os dados foram submetidos ao teste de médias de Tukey. Foi utilizado o programa estatístico Assistat, versão 7.6 beta (SILVA; AZEVEDO, 2002).

A análise de correlação linear de Pearson foi realizada para 13 tratamentos ao nível de significância  $p \leq 0,05$ , com o valor de R de 0,684 (DUTCOSKY, 2007). Também foi utilizado o Assistat.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### Caracterização físico-química da manteiga da terra no tempo inicial

Os resultados da composição centesimal e outros atributos físico-químicos da manteiga da terra no tempo inicial estão representados na Tabela 1.

Tabela 1 - Caracterização da manteiga da terra no tempo inicial.

| Parâmetros                                                       | Tempo Inicial    | Limites          |
|------------------------------------------------------------------|------------------|------------------|
| Legislação**                                                     |                  |                  |
| Umidade por gravimetria (%)                                      | $0,07 \pm 0,03$  | $< 0,3\%$        |
| Sólidos não gordurosos (%)                                       | 0,97             | $< 1,0\%$        |
| Matéria gorda ( $\text{g} \cdot 100\text{g}^{-1}$ )              | 98,96            | $> 98,5\%$       |
| Acidez (soluto alcalino normal)                                  | $0,78 \pm 0,00$  | $< 2,0\%$        |
| Métodos complementares                                           |                  |                  |
| Umidade por infravermelho (%)                                    | $0,47 \pm 0,12$  | -                |
| Lípídeo por folch (%)                                            | $98,42 \pm 0,41$ | -                |
| Índice de peróxidos ( $\text{meq} \cdot \text{kg}^{-1}$ amostra) | $0,50 \pm 0,00$  | -                |
| Cor                                                              | L*               | $38,04 \pm 0,47$ |
|                                                                  | a*               | $-2,72 \pm -0,5$ |
|                                                                  | b*               | $24,94 \pm 0,44$ |

Média  $\pm$  desvio para cada parâmetro da amostra no tempo inicial.

\*\*Instrução Normativa Nº 30 do MAPA (Brasil, 2001).

A manteiga da terra elaborada apresentou todos os parâmetros dentro dos limites estabelecidos pela legislação (BRASIL, 2001).

O valor obtido para a matéria gorda foi de 98,96%, abaixo dos 99,7% encontrados por Ambrósio, Guerra e Mancini Filho (2001) e acima dos 97,23% encontrados por Clemente e Abreu (2008) e 98,19% encontrados por Nassu et al. (2001). Esse parâmetro atendeu à especificação mínima de 98,5% estabelecido pela legislação (BRASIL, 2001). Para o *ghee* e o *butteroil*, produtos similares à manteiga da terra, o conteúdo de gordura mínimo estabelecido é de 99,6% (CODEX STANDARD, 1973), valor superior, inclusive, ao estipulado para o produto brasileiro. Em paralelo, o teor de lipídeos estimado pelo método de Folch, Less e Stanley (1957) foi de 98,42%.

O teor de umidade de 0,07% foi inferior ao limite máximo estabelecido pela legislação de 0,3% (BRASIL, 2001). O valor foi próximo aos encontrados nos estudos de Nassu et al. (2001), Machado e Druzian (2009) e Ambrósio, Guerra e Mancini Filho (2001), com médias de 0,17%, 0,22% e 0,20%, respectivamente. Clemente e Abreu (2008), porém, encontraram valores de 1,44%, em média. Em paralelo, utilizando-se o método por infravermelho, o teor de umidade foi da ordem de 0,47%, valor maior do que o encontrado pelo método gravimétrico pelo fato de ser um método mais eficaz para produtos de baixa umidade.

Quanto à quantidade de sólidos não gordurosos (0,97%), a legislação (BRASIL, 2001), que prevê no máximo 1,0%, também foi atendida e o valor foi inferior aos 1,33% de média encontrados por Clemente e Abreu (2008).

O teor de acidez (soluto alcalino normal) foi de 0,78% para um máximo previsto em legislação (BRASIL, 2001) de 2,0%. Este valor foi próximo dos encontrados em 50% das amostras do estudo de Clemente e Abreu (2008) e da média de 0,58% encontrada por Machado e Druzian (2009) no estudo de dez amostras. O teor de acidez máximo permitido para o *ghee* e o *butteroil* é de, no máximo, 0,4% (CODEX STANDARD, 1973).

Já o índice de peróxidos de 0,50 mEq kg<sup>-1</sup> de amostra foi inferior aos encontrados por Ambrósio, Guerra e Mancini Filho (2003) e por Machado e Druzian (2009), médias de 2,44 e 2,18 mEq kg<sup>-1</sup>, respectivamente. Não há, na legislação brasileira, limites definidos para o índice de peróxidos em manteiga da terra. Mehta, Darji e Aparnathi (2015) e El-Shourbagy e El-Zahar (2014), em estudos com o *ghee*, verificaram que, no tempo inicial, o índice de peróxidos foi de 0,93 e 0,87 mEq kg<sup>-1</sup>, respectivamente. Para o *ghee* e o *butteroil*, o índice de peróxidos máximo é de 0,6% (CODEX STANDARD, 1973).

Quanto aos parâmetros de cor, os resultados encontrados para os parâmetros  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  foram de 38,04, -2,72 e 24,94, respectivamente. O parâmetro  $b^*$  positivo evidencia a cor amarelada da manteiga da terra.

### **Perfil de ácidos graxos**

O perfil dos ácidos graxos da manteiga da terra no tempo inicial está representado na Tabela 2.

De modo geral, o perfil dos ácidos graxos da manteiga no tempo inicial apresentou diferenças em relação às amostras estudadas por Clemente et al. (2009), Machado e Druzian (2009) e Ambrósio, Guerra e Mancini Filho (2003). Porém, há semelhanças quanto aos ácidos graxos majoritários quantificados e na proporção entre ácidos graxos saturados e ácidos graxos insaturados quantificados. Os ácidos graxos majoritários presentes na amostra de manteiga da terra foram o oleico ( $22,66 \pm 0,78\%$ ), o palmítico ( $21,18 \pm 0,51\%$ ), o esteárico ( $13,86 \pm 0,25\%$ ) e o mirístico ( $7,5 \pm 0,21\%$ ). Já a proporção entre a quantidade de ácidos graxos saturados e insaturados foi de 1,67, bastante similar à média de 1,54 de proporção encontrado por Clemente et al. (2009) em dez amostras de manteiga da terra.

Apesar de estudos como o de Clemente et al. (2009), Machado e Druzian (2009) e Ambrósio, Guerra e Mancini Filho (2003) não terem detectado picos para os ácidos butírico ( $C4:0$ ) e capróico ( $C6:0$ ), foram encontrados valores de  $3,84 \pm 0,31\%$  e  $1,71 \pm 0,85\%$ , respectivamente. Isso se deve, provavelmente, à metodologia utilizada para esterificação dos ácidos graxos que, por não necessitar de uma extração lipídica prévia, contribui para a não volatilização desses ácidos, possibilitando sua quantificação.

A quantidade de ácidos graxos trans encontrada foi de 4,08%, próximo aos valores médios de 3,70% relatados por Ambrósio, Guerra e Mancini Filho (2003) e de 3,76% relatado por Machado e Druzian (2009). Estes valores de ácidos graxos trans encontrados são similares aos encontrados para manteigas comuns industrializadas de acordo com estudos de Mallia (2008), que relatou valores na ordem de 5,40% , e de Sommerfeld (1983), que afirmou ser normal que ocorra uma variabilidade de 4 a 11% destes isômeros em manteigas. Quanto ao teor de CLA (ácido linoleico conjugado), o valor encontrado de 1,65% foi inferior aos 3,15% de média encontrados por Ambrósio, Guerra e Mancini Filho (2003), e superior aos 0,66% encontrados por Clemente et al. (2009).

Tabela 2 - Perfil dos ácidos graxos da manteiga da terra no tempo inicial.

| Ácidos Graxos                                    | Valor (g.100g <sup>-1</sup> ) |
|--------------------------------------------------|-------------------------------|
| C4:0 (Butírico)                                  | 3,84 ± 0,31                   |
| C6:0 (Capróico)                                  | 1,71 ± 0,85                   |
| C8:0 (Caprílico)                                 | 0,96 ± 0,04                   |
| C10:0 (Cáprico)                                  | 1,74 ± 0,05                   |
| C11:0 (Hendecanóico)                             | 0,24 ± 0,01                   |
| C12:0 (Láurico)                                  | 1,94 ± 0,06                   |
| C13:0 (Isomirístico)                             | 0,16 ± 0,01                   |
| C14:0 (Mirístico)                                | 7,50 ± 0,21                   |
| C14:1 n5 (Miristoléico)                          | 0,96 ± 0,03                   |
| C15:0 (Isopalmítico)                             | 0,30 ± 0,01                   |
| C16:0 (Palmítico)                                | 21,18 ± 0,51                  |
| C16:1 (Palmitoléico)                             | 0,61 ± 0,01                   |
| C18:0 (Esteárico)                                | 13,86 ± 0,25                  |
| C18:1 n9 trans (Elaídico)                        | 0,56 ± 0,03                   |
| C18:1 n10 trans                                  | 1,27 ± 0,12                   |
| C18:1 n11 trans (Vacênico)                       | 1,63 ± 0,17                   |
| C18:1 n9 cis (Oléico)                            | 22,66 ± 0,78                  |
| C18:1 n15 trans                                  | 0,37 ± 0,01                   |
| C18:1 n11 cis                                    | 0,22 ± 0                      |
| C18:1 n12 cis (Petroselínico)                    | 0,40 ± 0,02                   |
| C18:2 n6 trans (Linolelaídico)                   | 0,26 ± 0,01                   |
| C18:2 n6 cis (Linoléico)                         | 1,65 ± 0,05                   |
| C20:0 (Araquídico)                               | 0,17 ± 0,01                   |
| C18:3 n6 (Linolênico)                            | 0,23 ± 0,01                   |
| C20:1 (Gadoléico)                                | 0,88 ± 0,03                   |
| C20:2                                            | 0,13 ± 0,01                   |
| C22:0 (Behênico)                                 | 0,13 ± 0,02                   |
| C20:3 n6 (Di-homo-γ-linolênico)                  | 0,15 ± 0,01                   |
| C20:3 n3 (Di-homo-α-linolênico)                  | 0,14 ± 0,02                   |
| C22:6 n3                                         | 0,10 ± 0,01                   |
| Ácidos Graxos Saturados                          | 53,72                         |
| Ácidos Graxos Monoinsaturados                    | 29,58                         |
| Ácidos Graxos Polinsaturados                     | 2,66                          |
| Relação Saturados /<br>Insaturados (mono e poli) | 1,67                          |
| Ácidos Graxos Insaturados Trans                  | 4,08                          |

Média ± desvio para cada ácido graxo da amostra no tempo inicial.

### Caracterização físico-química da manteiga da terra durante o armazenamento

Os resultados da avaliação físico-química da manteiga da terra durante o armazenamento encontram-se na Tabela 3 (acidez, índice de peróxidos e TBARS).



Tabela 3 - Resultados da avaliação físico-química da manteiga da terra durante o armazenamento

|                                      | Tempo<br>(dias) | Tratamentos    |                |               |               |
|--------------------------------------|-----------------|----------------|----------------|---------------|---------------|
|                                      |                 | 5°C            | 30°C           | 45°C          | 60°C          |
| Acidez (soluto<br>alcalino normal %) | 0               | 0,78bA ± 0,00  | 0,78cA ± 0,00  | 0,78cA ± 0,00 | 0,78cA ± 0,00 |
|                                      | 14              | 0,84aB ± 0,01  | 0,93aA ± 0,01  | 0,92bA ± 0,01 | 0,93bA ± 0,01 |
|                                      | 28              | 0,85aC ± 0,02  | 0,91abB ± 0,02 | 0,99aA ± 0,05 | 0,90bB ± 0,02 |
|                                      | 42              | 0,82abD ± 0,02 | 0,88bC ± 0,03  | 1,02aB ± 0,01 | 1,10aA ± 0,02 |
|                                      | 56              | 0,82abD ± 0,01 | 0,89abC ± 0,02 | 1,01aB ± 0,02 | 1,11aA ± 0,01 |
| Peróxidos<br>(mEq kg <sup>-1</sup> ) | 0               | 0,50aA ± 0,00  | 0,50aA ± 0,00  | 0,50cA ± 0,00 | 0,50dA ± 0,00 |
|                                      | 14              | 0,50aA ± 0,00  | 0,47aAB ± 0,06 | 0,40dB ± 0,00 | 0,50dA ± 0,00 |
|                                      | 28              | 0,50aB ± 0,00  | 0,37bC ± 0,06  | 0,40dC ± 0,00 | 1,17cA ± 0,06 |
|                                      | 42              | 0,37bC ± 0,06  | 0,37bC ± 0,06  | 0,66bB ± 0,06 | 2,26bA ± 0,06 |
|                                      | 56              | 0,37bD ± 0,06  | 0,47aC ± 0,06  | 1,30aB ± 0,00 | 3,99aA ± 0,00 |
| TBARS (mg<br>MDA kg <sup>-1</sup> )  | 0               | 0,08bA ± 0,00  | 0,08bA ± 0,00  | 0,08cA ± 0,00 | 0,08cA ± 0,00 |
|                                      | 28              | 0,09abB ± 0,01 | 0,10aB ± 0,02  | 0,10bB ± 0,00 | 0,12bA ± 0,00 |
|                                      | 56              | 0,10aC ± 0,01  | 0,10aC ± 0,00  | 0,12aB ± 0,00 | 0,19aA ± 0,01 |

As amostras foram armazenadas em quatro diferentes temperaturas (5, 30, 45 e 60°C) e analisadas ao longo do tempo (1, 14, 28, 42 e 56 dias). Média ± desvio padrão diferiram entre si, pelo Teste de Tukey ( $p < 0,05$ ), para letras minúsculas diferentes na mesma coluna ao longo do tempo e para letras maiúsculas diferentes na mesma linha entre os tratamentos diferentes.

A acidez da manteiga da terra no tempo inicial foi de 0,78% (soluto alcalino normal). No armazenamento a 5°C, percebe-se que não houve diferença significativa entre o tempo inicial e o tempo de 56 dias. Efeito similar foi encontrado por Machado e Druzian (2009), que utilizaram-se da mesma temperatura no armazenamento da manteiga da terra e não encontraram variação na acidez mesmo após 7 meses de armazenamento. As amostras armazenadas a 30, 45 e 60°C, porém, apresentaram um aumento estatisticamente significativo entre os tempos iniciais e finais. A manteiga armazenada a 30°C apresentou um teor de 0,89% ao fim dos 56 dias, com máxima de 0,93%. A manteiga a 45°C apresentou um teor final de 1,01% e a 60°C, de 1,11%. Todos os valores encontraram-se abaixo do limite previsto pela legislação de 2,0% (BRASIL, 2001). Isso é indício de que a manteiga da terra apresentou inicialmente baixa rancificação hidrolítica, o que pode ser atribuído à não incorporação excessiva de sólidos não gordurosos no processamento, que disponibilizariam a lactose como substrato de fermentação e lipases, que favoreceriam o processo hidrolítico.

O índice de peróxidos da manteiga da terra no tempo inicial foi de 0,50 mEq kg<sup>-1</sup>. À temperatura de 5°C, o índice de peróxidos manteve-se constante até o 28º dia, quando reduziu

significativamente até atingir  $0,37 \text{ mEq kg}^{-1}$  nos dias 42 e 56. Em seu estudo, Machado e Druzian (2009) não observaram esta redução, porém a análise de peróxidos foi realizada na amostra com quatro meses de armazenamento. Na temperatura de  $30^{\circ}\text{C}$ , ocorreu a redução já no 28º dia, quando atingiu  $0,37 \text{ mEq kg}^{-1}$ , porém no 56º dia, o índice voltou ao patamar da amostra inicial. Para o armazenamento a  $45^{\circ}\text{C}$ , a redução significativa ocorreu já no 14º dia ( $0,40 \text{ mEq kg}^{-1}$ ), mas no 42º e 56º dias houve aumentos significativos e consecutivos, apresentando ao final um teor de  $1,30 \text{ mEq kg}^{-1}$ . Para a temperatura de  $60^{\circ}\text{C}$  de armazenamento, não foram observadas reduções, e sim aumentos significativos gradativos a partir do 28º dia, finalizando com  $3,99 \text{ mEq kg}^{-1}$ . A legislação brasileira não prevê a quantidade limite de índice de peróxidos em manteigas da terra, porém limita em  $1,00 \text{ mEq Kg}^{-1}$  para manteigas comuns (BRASIL, 2006). Se apenas esse parâmetro fosse considerado, as amostras no tempo 56 para o armazenamento a  $45^{\circ}$  e nos tempos 28, 42 e 56 para o armazenamento a  $60^{\circ}\text{C}$  estariam acima do valor preconizado pela portaria.

A redução nos índices de peróxidos ocorrida nas temperaturas de  $5$ ,  $30$  e  $45^{\circ}\text{C}$  pode ser atribuída à natureza instável dos radicais peróxidos. Deste modo, no período de indução da rancificação oxidativa, há indícios de que a deterioração destes radicais presentes na amostra inicial foi mais elevada do que a formação de radicais livres para reagirem com o oxigênio atmosférico e então formarem novos radicais peróxidos. Deste modo, justifica-se a redução observada nos armazenamentos citados e infere-se que, no caso do armazenamento a  $60^{\circ}\text{C}$ , a alta quantidade de energia térmica fornecida à amostra foi suficiente para que o nível de peróxidos se mantivesse constante no 14º dia e apresentasse aumentos significativos no 28º dia e nos demais dias subsequentes.

Os estudos de Ambrósio, Guerra e Mancini Filho (2003) e Machado e Druzian (2009) para manteiga da terra e os estudos de Mehta, Darji e Aparnathi (2015) e El-Shourbagy e El-Zahar (2014) para o *ghee* não verificaram redução semelhante no índice de peróxidos no início do armazenamento, justificado nos dois primeiros pelo tempo de medição entre a amostra inicial e as demais amostras e, nos outros dois, pelas altas temperaturas empregadas ( $80^{\circ}\text{C}$  e  $63^{\circ}\text{C}$ , respectivamente).

O valor de TBARS encontrado para a manteiga da terra no tempo inicial foi de  $0,08 \text{ mg}$  de malonaldeído por quilo ( $\text{mg MDA kg}^{-1}$ ). Observou-se um aumento significativo relevante nas amostras armazenadas a  $45^{\circ}\text{C}$  e  $60^{\circ}\text{C}$  a partir do dia 28 e, ao fim dos 56 dias, apresentavam valores de  $0,12$  e  $0,19 \text{ mg MDA kg}^{-1}$ , respectivamente.

A quantificação de TBARS é importante para estimar o nível de oxidação lipídica de uma amostra, pois quantifica a formação do malonaldeído, um composto secundário da

oxidação lipídica. Não foram encontrados, no entanto, relatos na literatura técnico-científica para o valor de TBARS em manteigas de garrafa para permitir uma discussão comparativa. El-Shourbagy e El-Zahar (2014), em seu estudo com *ghee*, encontraram valores iniciais inferiores de 0,013 mg MDA kg<sup>-1</sup>, o que se justifica pelo fato deste produto ser submetido a temperaturas inferiores a 110°C durante o processamento.

Os resultados da avaliação de cor nos parâmetros L\*, a\* e b\* para os diferentes tratamentos durante o armazenamento estão dispostos na Tabela 4.

Tabela 4 - Resultados dos parâmetros L\*, a\* e b\* para cor objetiva da manteiga da terra durante o armazenamento.

|        | Tempo<br>(dias) | Tratamentos     |                 |                  |                 |
|--------|-----------------|-----------------|-----------------|------------------|-----------------|
|        |                 | 5°C             | 30°C            | 45°C             | 60°C            |
| Cor L* | 0               | 38,04aA ± 0,47  | 38,04aA ± 0,47  | 38,04cA ± 0,47   | 38,04dA ± 0,47  |
|        | 14              | 38,63aB ± 0,76  | 39,23aB ± 0,45  | 38,25bcB ± 0,19  | 41,33cA ± 0,90  |
|        | 28              | 38,83aB ± 1,24  | 38,04aB ± 0,93  | 39,29bcB ± 1,46  | 41,97bcA ± 0,66 |
|        | 42              | 38,52aBC ± 0,96 | 37,34aC ± 0,63  | 40,15abB ± 1,6   | 43,53bA ± 0,75  |
|        | 56              | 37,45aC ± 0,13  | 37,98aC ± 0,06  | 41,68aB ± 1,45   | 45,61aA ± 0,71  |
| Cor a* | 0               | -2,72aA ± 0,50  | -2,72aA ± 0,50  | -2,72aA ± 0,50   | -2,72abA ± 0,50 |
|        | 14              | -0,57bB ± 0,20  | -1,27aB ± 0,06  | -2,10aAB ± 0,53  | -3,15abA ± 0,10 |
|        | 28              | -1,14abB ± 0,26 | -1,16aB ± 0,05  | -2,08aB ± 0,73   | -4,30aA ± 2,26  |
|        | 42              | -0,74bB ± 0,05  | -2,33aAB ± 0,01 | -1,42aAB ± 0,15  | -2,81abA ± 2,45 |
|        | 56              | -0,48bB ± 0,07  | -1,72aAB ± 0,68 | -2,29aA ± 0,05   | -1,53bAB ± 0,15 |
| Cor b* | 0               | 24,94aA ± 0,44  | 24,94aA ± 0,44  | 24,94aA ± 0,44   | 24,94aA ± 0,44  |
|        | 14              | 22,98aAB ± 6,52 | 24,10aA ± 0,93  | 21,28bBC ± 3,39  | 19,84bC ± 0,08  |
|        | 28              | 26,43aA ± 4,45  | 21,76aAB ± 1,20 | 18,70bBC ± 1,28  | 12,84bC ± 0,98  |
|        | 42              | 22,83abA ± 1,37 | 22,21bB ± 1,09  | 17,45abAB ± 2,37 | 15,34bAB ± 0,28 |
|        | 56              | 22,48bA ± 0,99  | 20,17bA ± 0,79  | 14,61bA ± 2,12   | 11,42bAB ± 0,84 |

As amostras foram armazenadas em quatro diferentes temperaturas (5, 30, 45 e 60°C) e analisadas ao longo do tempo (1, 14, 28, 42 e 56 dias). Média ± desvio padrão com letras minúsculas diferentes na mesma coluna diferiram entre si pelo teste de Tukey (p<0,05) ao longo do tempo. Média ± desvio padrão com letras maiúsculas diferentes na mesma linha diferiram entre si pelo teste de Tukey (p<0,05) entre os tratamentos diferentes.

Para o parâmetro L\*, verificou-se uma tendência de aumento estatisticamente significativo, especialmente para as amostras submetidas a armazenamentos com temperaturas mais elevadas, indicando, assim, um clareamento mais acentuado nas amostras de acordo com o aumento da rancificação.

No parâmetro a\*, não foram observadas variações no comportamento que as relacionassem com os tratamentos.

No parâmetro  $b^*$ , percebeu-se uma redução significativa nos valores de  $b^*$ , em especial para as amostras mais oxidadas, o que indica uma perda da cor amarela ( $b^*$  positivo) aliada ao processo de rancificação.

### Modelo Cinético de Arrhenius e Período de Indução

Os parâmetros de Arrhenius de concentração inicial estimada de peróxidos ( $Co$ , em  $mEq\ kg^{-1}$ ), da taxa de aumento do índice de peróxidos ( $k$ , em  $dia^{-1}$ ), do coeficiente de determinação ( $R^2$ ) da reta plotada e a energia de ativação ( $Ea$ , em  $kJ\ mol^{-1}$ ) para duas temperaturas diferentes obedecendo ao modelo cinético de primeira ordem estão dispostas na Tabela 5.

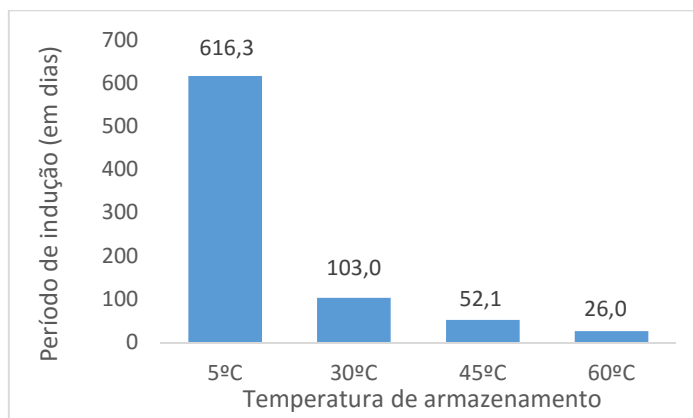
Tabela 5 – Parâmetros para o modelo cinético de primeira ordem para amostras de manteiga da terra armazenadas a 45 e 60°C.

| Parâmetros           | 45°C   | 60°C   |
|----------------------|--------|--------|
| $Co\ (mEq\ kg^{-1})$ | 0,36   | 0,39   |
| $k\ (day^{-1})$      | 0,0172 | 0,0404 |
| $R^2$                | 0,9494 | 0,8715 |
| $Ea\ (kJ\ mol^{-1})$ | 50,2   |        |

A energia de ativação de  $50,2\ kJ\ mol^{-1}$  está em concordância com os dados ( $50 - 80\ kJ\ mol^{-1}$ ) apresentados por Labuza (1984) para oxidação lipídica. Em um estudo com o *butteroil* (ÖZKANLI; KAYA, 2007), a energia de ativação para a amostra não submetida à pasteurização foi de  $75,9\ kJ\ mol^{-1}$ , e para a pasteurizada e processada a 72°C foi de  $70,8\ kJ\ mol^{-1}$ . O presente estudou seguiu a tendência de redução na energia de ativação conforme o aumento da temperatura empregada na elaboração do produto, sendo necessário para a manteiga da terra, portanto, um fornecimento de energia menor para o início das reações de rancificação.

O período de indução (PI), ponto no qual as amostras apresentariam valores de peróxidos maior ou igual a  $1,0\ mEq\ kg^{-1}$ , para as temperaturas de 5, 30, 45 e 60°C estão apresentados na Figura 1. Foi notória a influência da temperatura de armazenamento no aumento do PI, demonstrando a importância de um armazenamento adequado da manteiga da terra para comercialização como forma de amenizar sua oxidação lipídica.

Figura 1 – Período de indução para a manteiga da terra nas temperaturas de 5, 30, 45 e 60°C.



### Análise microbiológica

Nas amostras de manteiga da terra analisadas não houve crescimento ( $\text{NMP g}^{-1} < 3,0$ ) de coliformes a 35°C e a 45°C. Isso significa que a manteiga foi manipulada em boas condições higiênico-sanitárias durante as etapas de processamento, sem ocorrência de contaminação. A temperatura elevada utilizada na elaboração do produto (entre 110 e 120°C) contribui para a ausência de contaminação do produto.

### Análise sensorial

A manteiga da terra no tempo inicial foi avaliada com um leve sabor e odor de ranço em relação à manteiga comercial utilizada como referência de ranço fraco. Porém, os escores obtidos, 0,8 e 1,0 para odor e sabor de ranço iniciais, respectivamente, não sugerem que o ranço esteja a níveis desagradáveis ao consumidor.

Em termos da tonalidade da cor amarela, que variou do amarelo claro ao amarelo escuro, ao analisar as médias obtidas dos julgadores para este atributo, percebe-se que, entre a amostra inicial (T0) e as amostras finais, há diferença estatisticamente significativa apenas para as amostras armazenadas a 60°C, que, desde o 42º dia, já diferiram da amostra do tempo 0. Esta resposta sensorial está de acordo com a instrumental, visto que as amostras mais oxidadas foram as que tiveram o parâmetro  $L^*$  aumentado e o parâmetro  $b^*$  diminuído, o que caracterizou uma suavização na tonalidade amarela da amostra.

Quanto à opacidade, observou-se um aumento em todos os tratamentos no tempo de 14 dias, provavelmente devido à estabilização dos componentes da manteiga da terra, pois apresentou-se notoriamente mais límpida e pouco viscosa. No 56º dia, a amostra armazenada a

60°C apresentou uma opacidade menor, o que provavelmente deve ter relação com a degradação lipídica e formação de produtos secundários que, à temperatura ambiente, seriam límpidos.

Em relação à homogeneidade, a amostra apresentou inicialmente um visual uniforme, presença de uma só fase contínua e a ausência de grânulos. Houve um incremento de acordo com o aumento da temperatura de armazenamento e do tempo de monitoramento, com exceção do 14º dia para a amostra armazenada a 30°C. Inversamente ocorreu com a granulosidade sentida na boca, na qual foram observadas diminuições gradativas na granulosidade em todos os tempos e condições de armazenamento.

A viscosidade visual (resistência ao escoamento percebida no frasco) e a viscosidade na textura (resistência ao escoamento sentida na boca) obtiveram respostas coerentes entre si, com aumento nas viscosidades ao passo em que acentuavam-se as oxidações, como previsto por Ribeiro e Seravalli (2007). Porém, na amostra mais oxidada (56º dia, temperatura de 60°C), observou-se uma diminuição na viscosidade. Uma explicação possível seria o fato da degradação lipídica nesse ponto ter sido maior do que a taxa de formação de compostos poliméricos e gomas (produtos terciários da oxidação), que causariam o aumento da viscosidade.

Quanto aos odores de manteiga da terra e de ranço, percebeu-se uma relação inversamente proporcional de uma para a outra. Em termos gerais, o aumento no odor de ranço gerava uma redução no odor característico percebido pelos julgadores. Não obstante, os valores acentuados de odor rançoso, coincidiram com as respostas físico químicas de índice de peróxidos e TBARS para a amostra armazenada a 60°C. O aumento observado para a amostra armazenada a 45°C não foi significativo.

Em relação aos atributos de sabor, foram avaliados o ácido, o característico da manteiga da terra e o característico de gordura oxidada (ranço).

O sabor ácido não apresentou variações significativas entre os tempos e os tratamentos.

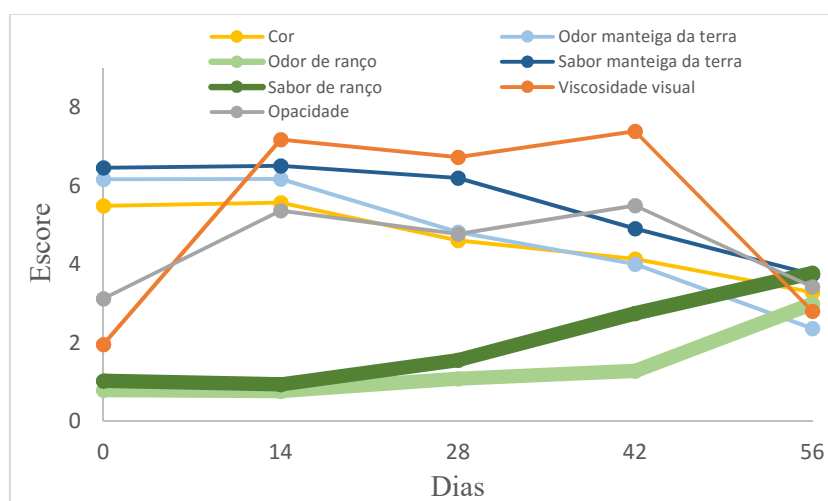
As variações dos tratamentos de sabor de manteiga da terra foram diretamente proporcionais às variações no odor de manteiga da terra, porém os provadores avaliaram as amostras mais oxidadas com notas menores no quesito odor. No quesito sabor de manteiga da terra, apenas as amostras armazenadas a 60°C nos tempos 42 e 56 dias foram significativamente menores. Para as demais amostras não houve diferenças significativas.

As variações no sabor de ranço foram, também, diretamente proporcionais às variações no odor de ranço, porém a primeira foi mais facilmente distinguida pelos provadores, que atribuíram qualificações rançosas maiores do que para o quesito odor. O sabor de ranço foi, também, inversamente proporcional ao sabor característico de manteiga da terra, a ponto em

que, em termos absolutos, a amostra armazenada a 60°C no tempo 56 obteve notas maiores para sabor de ranço do que para sabor de manteiga da terra.

A amostra submetida à temperatura de 60°C foi a que obteve o maior número de respostas estatisticamente diferentes entre si, fornecendo informações mais completas quanto às alterações que ocorrem simultâneas à rancificação. Na figura 2, está representado o gráfico que compila as alterações que ocorrem com o aumento da rancificação nessas condições de armazenamento. Percebe-se que, com o aumento no sabor e odor anômalo de ranço (representados pelas linhas verdes grossas), os escores atribuídos ao sabor característico de manteiga da terra, odor de manteiga da terra e a tonalidade da cor amarela diminuem significativamente. Quanto à opacidade e homogeneidade, ambas têm seus níveis aumentados no decorrer da rancificação, porém, ao fim dos 56 dias, ocorreu uma diminuição brusca significativa.

Figura 2 – Escores para diferentes atributos da manteiga da terra armazenada a 60°C ao longo do armazenamento.



### Correlações entre as análises físico-químicas e sensoriais

Foram observadas variações diretamente proporcionais (correlações positivas) e inversamente proporcionais (correlações negativas) para os parâmetros físico-químicos e sensoriais estudados. Os atributos que mais apresentaram correlações com os demais foram: na análise sensorial, a cor, o odor de manteiga da terra, o odor de ranço, o sabor de manteiga da terra e o sabor de ranço; nas análises físico-químicas, o índice de peróxidos, o valor de TBARS, a acidez e os parâmetros L\* e b\* de cor objetiva.

O índice de peróxidos da manteiga da terra correlacionou-se positivamente com: odor de ranço (sensorial;  $R = 0,951$ ), sabor de ranço (sensorial;  $R = 0,939$ ), acidez (físico-químico;  $R = 0,735$ ) e TBA (físico-químico;  $R = 0,941$ ) e  $L^*$  (físico-químico;  $R = 0,892$ ). E correlacionou-se negativamente com: cor (sensorial;  $R = -0,729$ ), odor de manteiga da terra (sensorial;  $R = -0,882$ ), sabor de manteiga da terra (sensorial;  $R = -0,931$ ) e  $b^*$  (físico-químico;  $R = -0,759$ ).

## CONCLUSÃO

Com o avanço da rancificação da manteiga da terra, estimado pelo método de estufa, foram significativos os aumentos na acidez, no teor de lipídeos, no índice de peróxidos e no valor de TBARS e alterações na cor objetiva. Sensorialmente, houve um declínio significativo nos atributos de sabor e odor de manteiga da terra e um aumento nas percepções do odor e sabor de ranço, além de um clareamento na tonalidade da cor amarela. O modelo cinético de Arrhenius foi utilizado para estimar a energia de ativação requerida para o processo de rancificação ( $50,2 \text{ kJ mol}^{-1}$ ) e determinar o período de indução em 103 dias no armazenamento a  $30^\circ\text{C}$ , o que demonstrou que a manteiga da terra é estável por um longo período de tempo em condições normais de estocagem.

## REFERENCIAS

AMBRÓSIO, C. L. B.; GUERRA, N. B.; MANCINI FILHO, J. Características de identidade, qualidade e estabilidade da manteiga de garrafa. parte I – características de identidade e qualidade. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 21, n. 3, p. 314–320, 2001.

AMBRÓSIO, C. L. B.; GUERRA, N. B.; MANCINI FILHO, J. Características de identidade, qualidade e estabilidade da manteiga de garrafa. Parte II - estabilidade. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 23, n. 3, p. 351–354, 2003.

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION (APHA). **Compendium of Methods for the Microbiological Examination of Foods**. 4 ed. Washington, DC, 2001.

ANTONIASSI, R. Métodos de avaliação da estabilidade oxidativa de óleos e gorduras. **Boletim do CEPPA**, v. 19, n. 2, p. 353–380, 2001.

AOAC. ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official Methods of Analysis**. Gaithersburg, MD, USA, 2010.



BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Instrução Normativa nº 30 de 26 de junho de 2001** - Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade da Manteiga de Garrafa; Queijo de Coalho e Queijo de Manteiga.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Instrução Normativa nº 68, de 12 de dezembro de 2006**. Oficializa os Métodos Analíticos Oficiais Físico-Químicos, para Controle de Leite e Produtos Lácteos, em conformidade com o anexo desta Instrução Normativa, determinando que sejam utilizados nos Laboratórios Nacionais Agropecuários. Diário Oficial da União, Brasília, 14 de dezembro de 2006, Seção I, p. 8.

CHRISTIE, W. W. **Lipid Analysis**. 3a. ed. The Oily Press: Bridgwater, UK, 2003.

CIE - Commission Internationale de l'Éclairage. **Colorimetry**. Part 4: CIE 1976 ( $L^*a^*b^*$ ) System. 2nd ed. Vienna; 1986. CIE no. 15.2.

CLEMENTE, M. das G.; ABREU, L. R. de. Caracterização química, físico-química e rancidez oxidativa de manteiga de garrafa. **Ciência e agrotecnologia**, v. 32, n. 2, p. 493–496, 2008.

CLEMENTE, M. das G.; ABREU, L. R. de; PINTO, S. M.; REZENDE, C. P. A. Perfil Dos ácidos Graxos de “Manteigas de Garrafa” Produzidas Na Região de Salinas - Minas Gerais. **Ciência e agrotecnologia**, v. 33, n. 6, p. 1615–1620, 2009.  
CODEX STANDARD. **Codex standard for milk fat products** – Codex Stan 280 - 1973.

DUTCOSKY, S. D. **Análise sensorial de alimentos**. 2. ed. Curitiba: Champagnat, 2007.

ELLENDERSEN, L. S. N.; WOSIACKI, G. **Análise sensorial descritiva quantitativa: estatística e interpretação**. Ponta Grossa: Editora UEPG, 2010.

EL-SHOORBAGY, G. A.; EL-ZAHAR, K. M. Oxidative stability of ghee as affected by natural antioxidants extracted from food processing wastes. **Annals of Agricultural Sciences**, v. 59, n. 2, p. 213–220, dez. 2014.

FOLCH, J.; LESS, M.; STANLEY, S. A simple method for the isolation and purification of total lipids from animal tissues. **Journal of Biological Chemistry**, v. 226, p. 497–509, 1957.

FRANKEL, E. N.; MEYER, A. S. The problems of using one-dimensional methods to evaluate multifunctional food and biological antioxidants. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 80, p. 1925–41, 2000.

ICHIHARA, K.; SHIBAHARA, A.; YAMAMOTO, K.; NAKAYAMA, T. 1996. An improved method for rapid analysis of the fatty acids of glycerolipids. **Lipids**, v. 31, p. 535-539.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4. ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008.

Labuza, T. P. Application of chemical kinetics of deterioration of foods. **Journal of Chemical Editor**, v. 61, n. 4, p. 348–352, 1984.

MACHADO, B. A. S.; DRUZIAN, J. I. Análise da estabilidade e da composição em ácidos graxos em manteiga de garrafa produzida artesanalmente Stability and fatty acids composition evaluation in bottled butter craftsmanly produced. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, v. 68, n. 2, p. 201–8, 2009.

MALLIA, S. **Oxidative stability and aroma of ufa/cla (unsaturated fatty acids/conjugated linoleic acid) enriched butter**. Facoltà di Agraria di Catania, Italy, 2008.

MEHTA, B. M.; DARJI, V. B.; APARNATHI, K. D. Comparison of Five Analytical Methods for the Determination of Peroxide Value in Oxidized Ghee. **Food Chemistry**, v. 185, p. 449–453, abr. 2015.

NASSU, R. T.; ARAÚJO, R. dos S.; BORGES, M. de F.; LIMA, J. R.; MACÊDO, B. A.; LIMA, M. H. P.; BASTOS, M. do S. R. **Diagnóstico das condições de processamento de produtos regionais do leite no Estado do Ceará**. Fortaleza : Embrapa Agroindústria Tropical, 2001.

ÖZKANLI, O.; KAYA, A. Storage stability of butter oils produced from sheep's non-pasteurized and pasteurized milk. **Food Chemistry**, v. 100, n. 3, p. 1026–1031, 2007.

RIBEIRO, E. P.; SERAVALLI, E. A. G. **Química de alimentos**. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2007.

ROSMINI, M. R.; PERLO, F.; PÉREZ-ALVAREZ, J. A.; PAGÁN-MORENO, M. J.; GAGO-GAGO, A.; LÓPEZ-SANTOVEÑA, F.; ARANDA-CATALÁ, V. TBA test by an extractive method applied to “paté”. **Meat Science**, v. 42, n. 1, p. 103–110, 1996.

SILVA, F. A. M.; BORGES, M. F. M.; FERREIRA, M. A. Métodos para avaliação do grau de oxidação lipídica e da capacidade antioxidante. **Química Nova**, v. 22, n. 1, p. 94–103, 1999.

SILVA, F. de A. S. E.; AZEVEDO, C. A. V. Versão do programa computacional Assistat para o sistema operacional Windows. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 4, n. 1, p. 71–78, 2002.

SOARES, K. M. de P.; AROUCHA, E. M. M.; GÓIS, V. A. de; ABRANTES, M. R.; ROCHA, M. de O. C.; SILVA, J. B. A. da. Avaliação da qualidade microbiológica de manteigas de garrafa comercializadas no município de Mossoró, RN. **Acta Veterinária Brasilica**, v. 3, n. 3, p. 143–146, 2009.

SOMMERFELD, M. Trans unsaturated fatty acids in natural products and processed foods. **Progress in Lipid Research**, v. 22, p. 221–33, 1983.

STONE, H.; SIDEL, J.; OLIVER, S.; WOOLSEY, A.; SINGLETON, R. C. Sensory evaluation by Quantitative Descriptive analysis. **Food Technology**, v. 28, n. 11, p. 24–34, 1974.

VISENTAINER, J. V.; FRANCO, M. R. B. **Ácidos graxos em óleos e gorduras: identificação e quantificação**. São Paulo: Varela, 2006.

## 5 CONCLUSÃO

Através deste estudo, foi possível avaliar a estabilidade térmica e detectar as alterações físico-químicas e sensoriais que ocorreram na manteiga da terra durante armazenamento em condições de teste acelerado e em temperaturas controladas.

Tanto os parâmetros físico-químicos, quanto os atributos sensoriais, foram capazes de fornecer dados para a caracterização da manteiga da terra no tempo inicial e para as avaliar as mudanças ocorridas durante a estocagem. Com o avanço da rancificação da manteiga da terra pelo método de estufa, foram evidentes os aumentos na acidez, no teor de lipídeos, no índice de peróxidos e no valor de TBARS e alterações na cor objetiva. Sensorialmente, houve um declínio significativo nos atributos de sabor e odor de manteiga da terra e um aumento nas percepções do odor e sabor de ranço, além de um clareamento na tonalidade da cor amarela.

A partir destes dados, foi possível estimar a energia de ativação necessária para ocorrer as reações de rancificação em ( $50,2 \text{ kJ mol}^{-1}$ ) e o período de indução de 103 dias para o armazenamento a  $30^{\circ}\text{C}$ .

Os resultados do estudo indicaram, portanto, que a manteiga da terra é estável por mais de cem dias em condições normais de estocagem. Porém, aquecimentos intermitentes, muitas vezes utilizados para facilitar a saída do produto, que é viscoso, de sua embalagem comercial, poderão acelerar as alterações que originarão compostos anômalos e tóxicos resultantes do processo oxidativo, tornando-o sensorialmente e físico-quimicamente inadequado ao consumo.

Os resultados obtidos nesta pesquisa poderão dar suporte na elaboração de regulamentos técnicos para a manteiga da terra, visto que há uma escassez de estudos para este produto e sua legislação específica é bastante restrita.





INSTITUTO DE EDUCAÇÃO  
SUPERIOR DA PARAÍBA - IESP



Continuação do Parecer: 817.998

Deixar claro aos participantes dos objetivos do projeto e que as quantidades utilizadas para os testes não influenciarão no seu estado de saúde.

**Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:**

Detalhamento da Análise Sensorial pelo método proposto.

**Situação do Parecer:**

Aprovado

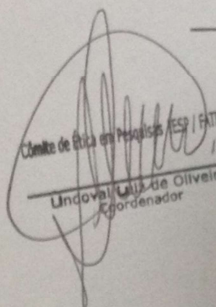
**Necessita Apreciação da CONEP:**

Não

**Considerações Finais a critério do CEP:**

Trabalho Aprovado, porém solicito aos responsáveis sobre atenção aos participantes e ao método, se ainda é o adequado ou se existe algum método mais recente.

CABEDELO, 03 de Outubro de 2014

  
Comite de Ética em Pesquisas IESP / FATEC/PB  
Lindoval Luiz de Oliveira  
Coordenador

Assinado por:  
Lindoval Luiz de Oliveira  
(Coordenador)

Endereço: BR 230 - Estrada de Cabedelo Km14

Bairro: Cabedelo

UF: PB

Município: CABEDELO

Telefone: (83)2106-3800

CEP: 58.310-000

E-mail: coordenagem@iesp.edu.br

## APÊNDICES

### APÊNDICE A – Questionário de recrutamento para análise sensorial de manteiga da terra

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |                                                                                                                                                                                              |                                                                                     |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|
|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | <p>UNIVERSIDADE FEDERAL DA PARAÍBA<br/>CENTRO DE TECNOLOGIA<br/>PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA<br/>MESTRANDO: LINCOLN PONTES VAZ<br/>ORIENTADOR: PROF. DR. RICARDO TARGINO MOREIRA</p> |  |
| <p><b>Questionário de recrutamento para análise sensorial de manteiga da terra</b></p> <p>Prezado participante, convido você a responder este questionário cujo objetivo de sua aplicação é recrutar pessoas que possuam interesse e disponibilidade de tempo em participar de uma análise sensorial de manteiga da terra. Esse questionário trará subsídios para traçar o perfil dos consumidores que participarão da pesquisa e através de reuniões semanais será feita a adequação do produto.</p> <p>Nome: _____</p> <p>Telefone (preferencialmente do Whatsapp): _____ E-mail: _____</p> <p>1. <b>Faixa etária:</b> ( ) 18-30 ( ) 31-40 ( ) 41-50 ( ) 51-59</p> <p>2. <b>Gênero:</b> ( ) Feminino ( ) Masculino</p> <p>3. <b>Estado civil:</b> ( ) Solteiro ( ) Casado ( ) Viúvo ( ) Separado ( ) União estável ( ) Outro</p> <p>4. <b>Grau de escolaridade:</b></p> <p>( ) Ensino médio completo ( ) Ensino superior incompleto ( ) Ensino superior completo</p> <p>( ) Pós-Graduação incompleta ( ) Pós-Graduação completa</p> <p>5. <b>Consome manteiga da terra?</b> ( ) Não ( ) Sim</p> <p>6. <b>Se SIM, com que frequência consome?</b> ( ) Diariamente ( ) Semanalmente</p> <p style="padding-left: 150px;">( ) Quinzenalmente ( ) Mensalmente ( ) Raramente</p> <p>7. <b>Consome produtos gordurosos de origem animal (ex.: manteiga comum, banha, etc.)?</b></p> <p>( ) Sim ( ) Não</p> <p>8. <b>Apresenta alguma intolerância alimentar (ex.: a glúten, a lactose, conservantes, realçador de sabor, etc.)</b></p> <p>( ) Não ( ) Sim. Quais? _____</p> <p>9. <b>Apresenta alguma alergia alimentar (ex.: crustáceo, amendoim, conservantes, realçador de sabor)</b></p> <p>( ) Não ( ) Sim. Quais? _____</p> <p>10. <b>Apresenta alguma restrição alimentar em virtude de alguma doença (ex.: diabetes, dislipidemia, hipertensão)</b></p> <p>( ) Não ( ) Sim. Quais? _____</p> <p>11. <b>Tem disponibilidade para participar da análise sensorial?</b> ( ) Não ( ) Sim. Possui alguma restrição de dia e/ou horário para participar dos testes? _____</p> <p style="text-align: center; padding-top: 20px;"><b>Obrigado por sua participação!</b></p> |                                                                                                                                                                                              |                                                                                     |

**APÊNDICE B – Termo de consentimento livre e esclarecido (TCLE)****TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO**

Prezado (a) Senhor (a)

Esta pesquisa é sobre a elaboração de manteiga da terra para alimentação humana e está sendo desenvolvido por Lincoln Pontes Vaz, aluno do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal da Paraíba, sob a orientação do Professor Dr. Ricardo Targino Moreira e está norteado pela Resolução nº 466, de 12 de dezembro de 2012, do Conselho Nacional de Saúde (CNS).

O objetivo do estudo é a caracterização de manteiga da terra produzida pelo aluno em parceria com a indústria. Para isto, será avaliada a qualidade através de parâmetros microbiológicos, físico-químicos e sensoriais, com a finalidade de se obter um perfil do produto durante a estocagem.

Solicitamos a sua colaboração para responder a entrevista e, se apto, participar da análise sensorial da manteiga da terra, como também sua autorização para apresentar os resultados deste estudo em eventos da área e publicar em revista científica. Por ocasião da publicação dos resultados, seu nome será mantido em sigilo. Informamos que essa pesquisa não oferece riscos previsíveis para a sua saúde. Durante o decorrer da entrevista e da análise sensorial, caso o(a) senhor(a) se sentir constrangido em responder determinada pergunta ou a não querer proceder com o teste sensorial, é possível não responder e deixar o local sem qualquer prejuízo.

Esclarecemos que sua participação no estudo é voluntária e, portanto, o(a) senhor(a) não é obrigado(a) a fornecer as informações e/ou colaborar com as atividades solicitadas pelo pesquisador(a). Caso decida não participar do estudo, ou resolver a qualquer momento desistir do mesmo, não sofrerá nenhum dano, nem haverá modificação na assistência que vem recebendo na Instituição. Os pesquisadores estarão a sua disposição para qualquer esclarecimento que considere necessário em qualquer etapa da pesquisa.

Diante do exposto, declaro que fui devidamente esclarecido(a) e dou o meu consentimento para participar da pesquisa e para publicação dos resultados. Estou ciente que receberei uma cópia desse documento.



---

Assinatura do Participante da Pesquisa

---

Assinatura da Testemunha

Contato com o pesquisador responsável:

Caso necessite de maiores informações sobre o presente estudo, fazer contato com o pesquisador:

Lincoln Pontes Vaz

Endereço: Rua João Galiza de Andrade, 94 – Jardim São Paulo – Apto 303

Telefone: (83) 98879-0069 – E-mail: lincolnpontes@hotmail.com

Ou

Comitê de Ética em Pesquisa do Instituto de Educação Superior da Paraíba BR-230 – Estrada de Cabedelo – Km 14 – Bloco E - 1º Andar – CEP 58310-900 – Cabedelo/PB

☎ (83) 2106-3800 – E-mail: coordenfermagem@iesp.edu.br

Atenciosamente,

---

Lincoln Pontes Vaz

Assinatura do Pesquisador Responsável

---

Dr. Ricardo Targino Moreira

Assinatura do Pesquisador Orientador

**APÊNDICE C** - Resultado médios dos atributos sensoriais de manteiga da terra nos tempos 0, 14, 28, 42 e 56 armazenadas a 30, 45 e 60°C.

|                                   | T0     | Temperatura 30°C |         |        |        | Temperatura 45°C |        |         |        | Temperatura 60°C |         |        |       |
|-----------------------------------|--------|------------------|---------|--------|--------|------------------|--------|---------|--------|------------------|---------|--------|-------|
|                                   |        | T14              | T28     | T42    | T56    | T14              | T28    | T42     | T56    | T14              | T28     | T42    | T56   |
| <b>COR</b>                        | 5,5ab  | 5,6a             | 4,5bcd  | 5,3abc | 5,3abc | 4,4cd            | 4,4cd  | 5,2abcd | 5,2abc | 5,6a             | 4,6abcd | 4,1de  | 3,3e  |
| <b>OPACIDADE</b>                  | 3,1e   | 4,5abcd          | 4,3bcde | 5,0abc | 5,3ab  | 4,3bcde          | 3,9cde | 5,6a    | 5,4ab  | 5,4ab            | 4,8abc  | 5,5ab  | 3,4de |
| <b>HOMOGENEIDADE</b>              | 4,0f   | 4,6ef            | 6,6abc  | 7,3a   | 7,1ab  | 5,8cd            | 6,4abc | 7,3a    | 6,8abc | 7,2ab            | 6,7abc  | 7,3a   | 6,2bc |
| <b>VISCOSIDADE VISUAL</b>         | 2,0d   | 3,9bc            | 7,3a    | 7,5a   | 7,1a   | 4,2b             | 6,7a   | 7,3a    | 7,6a   | 7,2a             | 6,7a    | 7,4a   | 2,8cd |
| <b>ODOR DE MANTEIGA DA TERRA</b>  | 6,2ab  | 6,2ab            | 4,9bc   | 5,1abc | 5,6abc | 6,7a             | 5,8abc | 5,0abc  | 5,2abc | 6,2ab            | 4,8bc   | 4,0cd  | 2,4d  |
| <b>ODOR DE RANÇO</b>              | 0,8b   | 0,9b             | 0,8b    | 0,8b   | 0,9b   | 0,8b             | 0,8b   | 0,8b    | 1,0b   | 0,8b             | 1,1b    | 1,3b   | 3,0a  |
| <b>SABOR DE MANTEIGA DA TERRA</b> | 6,5a   | 6,7a             | 6,0a    | 5,9ab  | 6,7a   | 6,4a             | 6,1a   | 6,1a    | 6,0a   | 6,5a             | 6,2a    | 4,9b   | 3,7c  |
| <b>SABOR ÁCIDO</b>                | 0,6abc | 0,5abc           | 0,7abc  | 0,5bc  | 0,6abc | 0,4c             | 0,8a   | 0,5bc   | 0,5c   | 0,4c             | 0,8ab   | 0,7abc | 0,8a  |
| <b>SABOR DE RANÇO</b>             | 1,0c   | 1,0c             | 1,4c    | 1,4c   | 1,0c   | 1,0c             | 1,6c   | 1,3c    | 1,3c   | 0,9c             | 1,6c    | 2,7b   | 3,8a  |
| <b>VISCOSIDADE</b>                | 2,2d   | 3,4bcd           | 5,3a    | 5,8a   | 5,5a   | 3,7bc            | 4,9ab  | 5,2a    | 5,4a   | 5,6a             | 5,4a    | 5,3a   | 2,6cd |
| <b>GRANULOSIDADE</b>              | 2,6a   | 1,9bc            | 1,0de   | 0,5e   | 1,5ab  | 0,8de            | 1,0de  | 0,5e    | 1,1de  | 0,5e             | 1,0de   | 0,5e   | 1,3cd |

As amostras foram armazenadas em três diferentes temperaturas (30, 45 e 60°C) e analisadas ao longo do tempo (1, 14, 28, 42 e 56 dias). Média com letras minúsculas diferentes na mesma linha diferiram entre si pelo teste de Tukey ( $p < 0,05$ ) entre os tratamentos diferentes.



Continuação...

|                         | ATRIBUTOS SENSORIAIS |               | ATRIBUTOS FÍSICO-QUÍMICOS |               |               |               |               |        |               |
|-------------------------|----------------------|---------------|---------------------------|---------------|---------------|---------------|---------------|--------|---------------|
|                         | Viscosidade          | Granulosidade | Acidez                    | Lipídeos      | Peróxidos     | TBA           | L*            | a*     | b*            |
| Cor                     | 0,056                | 0,283         | -0,633                    | 0,457         | <b>-0,729</b> | <b>-0,806</b> | -0,579        | -0,072 | 0,621         |
| Opacidade               | <b>0,851</b>         | <b>-0,765</b> | 0,352                     | -0,024        | -0,079        | -0,235        | 0,221         | -0,240 | -0,242        |
| Homogeneidade           | <b>0,863</b>         | <b>-0,947</b> | 0,534                     | -0,367        | 0,188         | 0,256         | 0,371         | -0,224 | -0,539        |
| Viscosidade visual      | <b>0,985</b>         | <b>-0,815</b> | 0,283                     | -0,076        | -0,175        | -0,233        | 0,083         | -0,227 | -0,263        |
| Odor Manteiga da Terra  | -0,023               | 0,232         | <b>-0,690</b>             | 0,667         | <b>-0,882</b> | <b>-0,873</b> | <b>-0,745</b> | -0,084 | <b>0,737</b>  |
| Odor de Ranço           | -0,346               | 0,018         | 0,622                     | <b>-0,685</b> | <b>0,951</b>  | <b>0,949</b>  | <b>0,783</b>  | 0,110  | -0,657        |
| Sabor Manteiga da Terra | 0,039                | 0,273         | <b>-0,756</b>             | 0,604         | <b>-0,931</b> | <b>-0,879</b> | <b>-0,772</b> | -0,102 | 0,670         |
| Sabor ácido             | -0,101               | 0,098         | 0,287                     | -0,497        | 0,474         | 0,650         | 0,394         | -0,097 | -0,474        |
| Sabor de ranço          | -0,104               | -0,204        | <b>0,748</b>              | -0,650        | <b>0,939</b>  | <b>0,936</b>  | <b>0,788</b>  | 0,049  | <b>-0,689</b> |
| Viscosidade             | 1,000                | <b>-0,830</b> | 0,211                     | -0,051        | -0,196        | -0,250        | 0,075         | -0,323 | -0,235        |
| Granulosidade           |                      | 1,000         | -0,500                    | 0,179         | -0,092        | -0,150        | -0,270        | 0,158  | 0,390         |
| Acidez                  |                      |               | 1,000                     | -0,565        | <b>0,735</b>  | <b>0,783</b>  | <b>0,786</b>  | 0,206  | <b>-0,733</b> |
| Lipídeos                |                      |               |                           | 1,000         | -0,201        | -0,510        | -0,072        | -0,291 | 0,474         |
| Peróxidos               |                      |               |                           |               | 1,000         | <b>0,941</b>  | <b>0,892</b>  | -0,012 | <b>-0,759</b> |
| TBA                     |                      |               |                           |               |               | 1,000         | <b>0,880</b>  | 0,135  | <b>-0,810</b> |
| L*                      |                      |               |                           |               |               |               | 1,000         | -0,243 | <b>-0,858</b> |
| a*                      |                      |               |                           |               |               |               |               | 1,000  | 0,297         |
| b*                      |                      |               |                           |               |               |               |               |        | 1,000         |

Valores em negrito apresentam correlação significativa ao nível de 5%.