



AValiação Reológica e Microscópica de Iogurte Natural Liofilizado e Reidratado

SERGIO HENRIQUE SILVA¹, ISABELLE CRISTINA OLIVEIRA NEVES², BEATRIZ CRISTINA SILVÉRIO¹, NATALIA LEITE OLIVEIRA³

¹Universidade Federal do Triângulo Mineiro, Curso de Engenharia de Alimentos

²Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia de Alimentos

³ Universidade Federal de Lavras, Departamento de Ciência dos Alimentos

*e-mail: sergio.henrique@uftm.edu.br

RESUMO - A vida útil de um produto alimentício é estabelecida de acordo com suas características físico-químicas, processamento ao qual é submetido durante ou após sua produção e as condições de armazenamento. A exemplo do iogurte, a sua acidez típica e as condições de armazenamento sob refrigeração são os principais fatores responsáveis por determinar sua validade. O objetivo deste trabalho foi avaliar as características reológicas do iogurte integral sem sabor antes da liofilização e após a reidratação do produto seco. O modelo da Lei da Potência e de Herschel-Bulkley apresentou ajuste significativo aos dados ($p < 0,05$) com $R^2 > 98,34$. Por meio deste ajuste, verificou-se que as duas amostras apresentaram comportamento pseudoplástico e a viscosidade aparente do iogurte fresco foi maior que a encontrada para a amostra liofilizada e reconstituída. As análises microscópicas demonstraram os microdutos formados na transferência de massa pela sublimação da água no processo de liofilização. O material desidratado após o processo de liofilização apresentou boa capacidade de reidratação, porém menor valor de viscosidade, demonstrando que estudos complementares devem ser realizados visando alavancar o potencial da técnica para obtenção de iogurtes com vida útil estendida, sem a necessidade de refrigeração.

INTRODUÇÃO

O iogurte é definido como o produto cuja fermentação se realiza com cultivos protossimbióticos de *Streptococcus salivarius* subsp. *thermophilus* e *Lactobacillus delbrueckii* subsp. *Bulgaricus*, além de outras bactérias ácido-láticas que, de forma complementar por sua atividade, contribuem para a determinação das características do produto final (MAPA, 2007). Com diferentes sabores e também o natural (sem sabor), os iogurtes, devido à ação de bactérias fermentadoras do leite, conferem efeitos terapêuticos como melhoria da digestão, aumento do movimento peristáltico enterogástrico, dentre outros. É um alimento perecível, muito bem aceito e amplamente consumidos por todas as faixas etárias, porém

necessitam de refrigeração para ser armazenado (YU *et al.*, 2016).

Os parâmetros sensoriais e de textura do iogurte são de grande relevância por desempenharem um papel importante na aceitação do produto por parte dos consumidores (AKALIN *et al.*, 2012). Na conformação estrutural do gel do iogurte, a caseína tem grande relevância pela agregação de suas micelas à medida que o pH se aproxima de 4,6 como resultado da produção de ácido láctico durante a fermentação. Para melhorar a estrutura do gel formado na produção do iogurte, estabilizantes e espessantes geralmente são adicionados para evitar sinérese especialmente em produtos com baixo teor de gordura (DÖNMEZ *et al.*, 2017).

A reologia é o estudo do comportamento deformacional e fluxo de matéria quando uma

amostra é submetida a tensões ao longo de um intervalo de tempo, e inclui a avaliação de propriedades como elasticidade, viscosidade e plasticidade (GABAS, 2012). Logo, o estudo reológico do iogurte pode auxiliar no controle de suas características de textura ao longo da produção, armazenamento e consumo.

A liofilização é um processo vantajoso de secagem, pois ocorre em condições especiais de pressão e temperatura, permitindo que a água previamente congelada passe diretamente ao estado gasoso, ocorrendo a mudança de estado físico por sublimação, com o objetivo de estabilizar produtos através da diminuição da atividade de água (YAMAGUCHI *et al.*, 2016). Estes fatores, permite que a técnica seja aplicada em alimentos termo-sensíveis, de forma que as suas qualidades nutricionais e sensoriais sejam preservadas. Além disso, possibilita a redução extrema no peso do produto, alta solubilidade, longa vida útil a temperatura moderada e a possibilidade de reidratação (CARPENTER *et al.*, 1990).

Buscando avaliar a técnica de liofilização como método para prolongar a vida útil do iogurte, o objetivo deste trabalho foi avaliar e comparar suas propriedades reológicas antes de ser liofilizado e após a reidratação do produto desidratado.

Materiais e Métodos

O iogurte foi desenvolvido no laboratório de Refrigeração de Alimentos, no Departamento de Ciências dos Alimentos na Universidade Federal de Lavras (UFLA), com a seguinte formulação: leite integral padronizado e pasteurizado (Itambé, Minas Gerais, Brasil), leite em pó desnatado (Itambé, Minas Gerais, Brasil), cultura láctica (*Lactobacillus acidophilus* LA-5[®], *Bifidobacterium* BB-12[®] e *Streptococcus thermophilus*) (Bio Rich-Chr. Hansen, Horsholm, Dinamarca).

Formulação

Um litro de leite foi aquecido em uma estufa (Precision Scientific Vacuum Oven-Model 19) até 45 °C e adicionado de leite em pó desnatado (4% m/v) e cultura láctica (400 mg), prosseguindo com a homogeneização manual dos ingredientes. A mistura foi incubada a 45 °C em uma estufa (Precision Scientific Vacuum

Oven-Model 19) durante 6 horas. A seguir, o iogurte foi resfriado a 4 °C e armazenado em refrigerador convencional. Cada tratamento foi testado em triplicata.

Liofilização e Reidratação

Volumes de 50 cm³ de iogurte foram colocados em placas de petri de modo a atingir cerca de 1 cm de altura para tornar mais eficiente o processo de liofilização. Em seguida, as placas foram congeladas a -75 °C em ultra freezer (Coldlab, modelo CL120-86V, Basil) e secas no liofilizador (Edwards, modelo: L4kR, Brasil) por 36 horas. Posteriormente, procedeu-se à reidratação com água filtrada a 20 °C, sendo que essa etapa foi realizada reinserindo na amostra o volume total de água sublimada na liofilização em cada tratamento.

Microscopia Eletrônica de Varredura

As micrografias da amostra liofilizada foram examinadas em um microscópio eletrônico de varredura (modelo LEO 1430 VP, Inglaterra) com uma voltagem de aceleração de 20 kV. Antes da observação, o iogurte liofilizado foi macerado e fixado em stubs usando uma fita de carbono dupla face e pulverizado com ouro a 200 A por 180 segundos para torná-lo condutor.

Análise Reológica

O estudo do comportamento reológico das amostras frescas e reconstituídas foi realizado no Reômetro Digital Brookfield modelo DV-III, à 20 °C. As amostras foram submetidas a uma rampa crescente de taxa de deformação, utilizando torque inicial de 0,1% variando linearmente em 12%, durante 3 minutos de ensaio, até serem obtidos 12 pontos experimentais para cada amostra. Através de pré-testes, dois sensores foram estabelecidos no no equipamento para as análises de acordo com as características das amostras (frescas e reidratadas). A primeira amostra (fresca sem liofilizar) usou o spindle SC4-25, e a segunda amostra (liofilizada e reidratada) usou-se o spindle SC4-18. O modelo Lei da Potência (equação 1) foi ajustado aos dados de tensão de cisalhamento e taxa de deformação para determinação do perfil de escoamento dos fluidos utilizando o software Reocalc (versão

V.3.1, Brookfield Engineering Laboratories, USA).

$$\tau = K\dot{\gamma}^n \quad (1)$$

$$\tau = \tau_0 + K\dot{\gamma}^n \quad (2)$$

em que τ é a tensão de cisalhamento (Pa), τ_0 é a tensão de cisalhamento inicial (Pa), K é o índice de consistência ($\text{Pa}\cdot\text{s}^n$), $\dot{\gamma}$ é a taxa de deformação (s^{-1}) e n é o índice de comportamento do fluido (adimensional).

Resultado e Discussão

Na Tabela 1 são apresentados os valores dos parâmetros reológicos obtidos de acordo com o modelo Lei da Potência para a amostra de iogurte reidratado e Herschel-Bulkley para a amostra de iogurte natural, através do ajuste dos modelos aos dados experimentais.

Tabela 1: Parâmetros de ajuste de Herschel-Bulkley para a amostra de iogurte natural (Amostra 1) e modelo Lei da Potência para Amostra 2 (reidratada após a liofilização)

Parâmetros	Modelo Lei da Potência	
	Amostra 1	Amostra 2
K ($\text{Pa}\cdot\text{s}^n$)	$4,543 \pm 0,37$	$0,051 \pm 0,057$
n (-)	$0,291 \pm 0,040$	$0,739 \pm 0,007$
p_{valor}	<.0001	<.0001
R^2	98,34	99,88
RMSE	0,434	0,0258

Observa-se pela Tabela 1 que o ajuste do modelo Lei da Potência e de Herschel-Bulkley aos dados experimentais das duas amostras foi significativo ($p < 0,05$), apresentando $R^2 > 98,34$. As Amostras 1 e 2 apresentaram valores diferentes entre si tanto para o índice de consistência (K) quanto para o índice de comportamento (n). Além disso, para a amostra 1, foi observado um valor para τ_0 , indicando a necessidade deste fluido de uma tensão de cisalhamento inicial para começar a escoar. Todas as amostras de iogurte apresentaram caráter pseudoplástico ($n < 1,0$), comportamento mais acentuado para a amostra 1 devido à rede estrutural intacta das micelas de caseína presentes no iogurte fresco. O caráter pseudoplástico das amostras também pode ser observado por meio da relação não linear entre

a taxa de cisalhamento e a tensão de deformação mostrada na Figura 1 A e B.

Analisando o índice de consistência (K), percebe-se que a Amostra 1 apresenta maior valor de índice de consistência quando comparado à Amostra 2, descaracterizando sensorialmente ao consumidor. Os valores de viscosidade aparente em taxas de cisalhamento semelhantes de $15,86 \text{ s}^{-1}$ e $15,97 \text{ s}^{-1}$ foram $636,65 \pm 3,54 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ e $27,51 \pm 1,28 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ para as Amostras 1 e 2, respectivamente. Uma possível explicação para a diminuição da viscosidade do iogurte reconstituído é a desestruturação ou rompimento de sua cadeia estrutural durante o processo de congelamento seguido pela secagem por liofilização, o que resultou em uma redução da capacidade de retenção de água das proteínas presentes, juntamente com a redução do potencial de formação da rede estrutural que confere consistência ao iogurte, quando o pó foi reconstituído (CARPENTER *et. al.*, 1999).

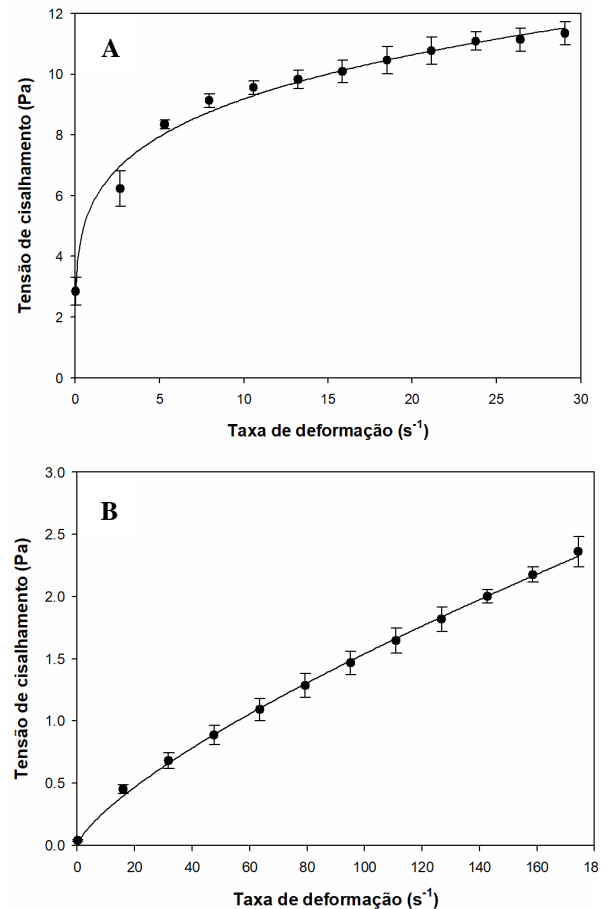


Figura 1. Curva de escoamento das amostras de iogurte fresco (A) e após a reidratação (B). A linha contínua representa a curva de ajuste de cada modelo aos dados

Segundo Sodini *et al.* (2004), se o leite é enriquecido com proteínas obtidas por ultrafiltração ou suplementado com concentrado proteico de soro ou caseinato, o iogurte obtido com esse leite apresenta aumento na firmeza após a fermentação. O leite em pó desnatado utilizado no experimento não foi capaz de manter a viscosidade do iogurte liofilizado (reidratado) semelhante à do iogurte fresco, representado na Figura 2.

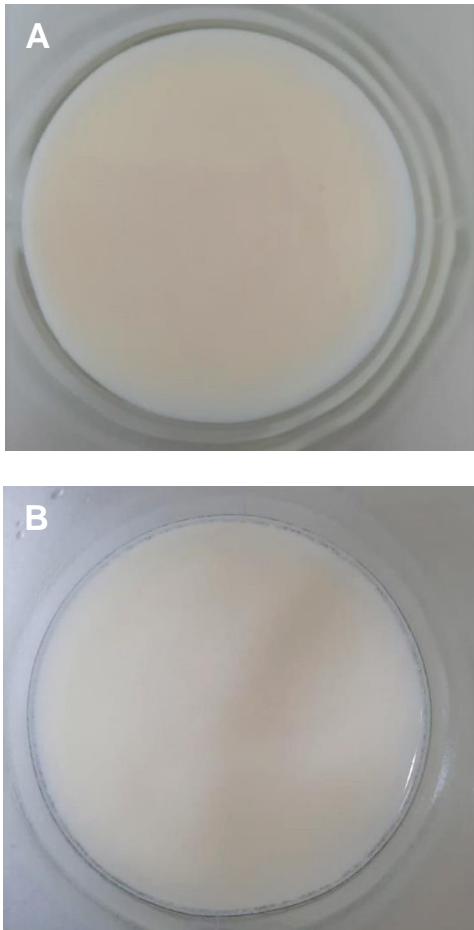


Figura 2. Imagem do iogurte fresco 2 (A) e reidratado 2 (B)

As imagens da estrutura do iogurte liofilizado obtidas por microscopia eletrônica de varredura são apresentadas na Figura 3.

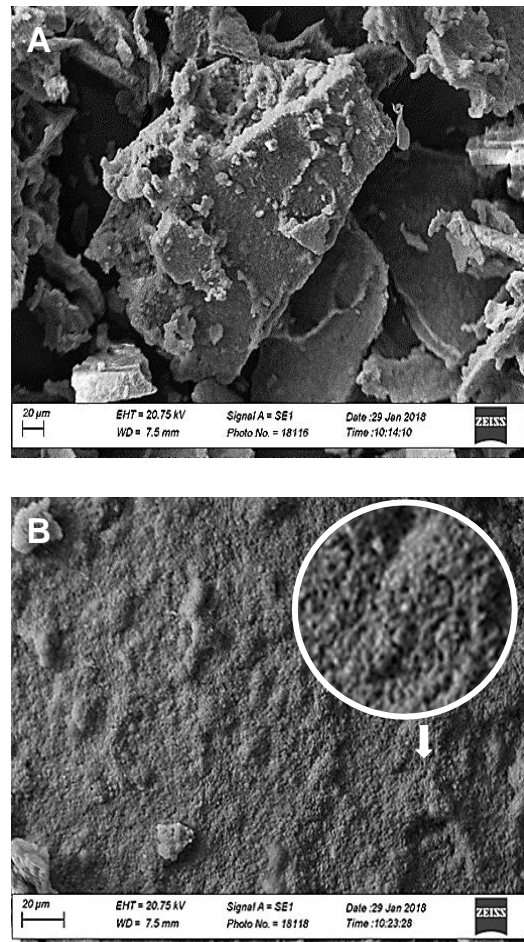


Figura 3. Eletromicrografias de varredura do iogurte liofilizado e macerado: aumento de 500x (A) e 1000x (B)

Na Figura 3 (A), observa-se a superfície da estrutura do iogurte, com aparência quebradiça e geometria irregular provocada pela maceração da amostra após a liofilização. Na Figura 3 (B) é possível observar os microdutos formados pelos efeitos da sublimação da água através da matriz do produto durante a liofilização, indicados pela seta branca, e que podem facilitar a entrada de água durante a reidratação. A imagem mostra uma estrutura amorfa com alta porosidade e pouca aglomeração, indicando baixa interação entre as partículas, o que confere estabilidade ao pó.

O tempo para que um líquido penetre completamente dentro de uma partícula porosa é decisivo para o processo de reconstituição. O líquido penetra nos poros das partículas impulsionado pela pressão capilar (FORNY *et al.*, 2011; HOGEKAMP; SCHUBERT, 2003).

O material desidratado após o processo de liofilização apresentou boa capacidade de reidratação, absorvendo o mesmo peso de água

sublimada no processo para reconstituição dando origem a um iogurte reidratado de aspecto uniforme, porém com menor viscosidade.

Conclusão

As análises reológicas demonstraram que a viscosidade aparente do iogurte natural antes do processo de liofilização foi maior que a viscosidade aparente encontrada para a amostra liofilizada e reconstituída, demonstrando que o leite em pó desnatado não auxiliou na manutenção do parâmetro. Com as análises microscópicas, foi possível observar os microdutos formados na transferência de massa pela sublimação da água no processo de liofilização, facilitando a reabsorção de água. Através dos resultados, serão necessários novos estudos buscando adequar a possível aplicação de espessantes solúveis em água fria na formulação para manter as características de viscosidade do iogurte fresco, no produto liofilizado após a reidratação.

NOMENCLATURA

τ	Tensão de cisalhamento	Pa
τ_0	Tensão de cisalhamento inicial	Pa
n, p-valor	Constantes das equações empíricas	-
K	Índice de consistência	Pa·s ⁿ

REFERÊNCIAS

- AKALIN, A. S.; UNAL, G.; DINKCI, N.; HAYALOGLU, A. A. Microstructural, textural, and sensory characteristics of probiotic yogurts fortified with sodium calcium caseinate or whey protein concentrate. *Journal of Dairy Science*, v. 95, n. 7, p. 3617–3628, 2012.
- CARPENTER, J. F.; IZUTSU, K.; RANDOLPH, T. W. Freezing- and drying-induced perturbations of protein structure and mechanisms of protein protection by stabilizing additives, *Freezing-Drying / Lyophilization of Pharmaceutical and Biological Products*, edited by Louis Rey, 1999.
- DÖNMEZ, Ö.; MOGOL, B. A., & GÖKMEN, V. Syneresis and rheological behaviors of set yogurt containing green tea and green coffee powders. *Journal of Dairy Science*, 100(2), 901–907. (2017).
- FORNY, L.; MARABI, A.; PALZER, S. Wetting, disintegration and dissolution of agglomerated water soluble powders. *Powder Technology*, v. 206, p. 72-78, 2011.
- GABAS, A. L.; MENEZES, R. S.; TELES-ROMERO, J. Reologia na Indústria de Biocombustíveis. Lavras: INDI, 2012. 156 p.:il.
- HOGEKAMP, S.; SCHUBERT, H. Rehydration of Food Powders. *Food Science Technology International*, vol. 9, p. 223-235, 2003.
- MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO (MAPA). Instrução Normativa nº 46 de 23 de outubro de 2007, do. Disponível em: <https://pesquisa.in.gov.br/imprensa/jsp/visualiza/index.jsp?data=24/10/2007&jornal=1&pagina=4&totalArquivos=96>
- SODINI, I.; REMEUF, F.; HADDAD, S.; CORRIEU, G. The relative effect of milk base, starter, and process on yogurt texture: a review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, v.44, n.2, p.113-137, 2004.
- YAMAGUCHI, S. K. F; KREBS, C, K; Sávio Leandro BERTOLLI, S. L; CARVALHO, L. F. Liofilização de produtos lácteos: Uma revisão. Vol. 38 (Nº 22) Año 2017. Pág. 2
- YU, H. Y.; WANG, L.; MCCARTHY, K. L. Characterization of yogurts made with milk solids nonfat by rheological behavior and nuclear magnetic resonance spectroscopy. *Journal of Food and Drug Analysis*, v. 24, n. 4, p. 804–812, 2016.