



Universidade do Minho
Escola de Engenharia

Ana Margarida Gomes Torres

Avaliação da aplicação de um revestimento edível a componentes de alimentos secos quando incorporados numa matriz “hidrofílica”

Dissertação de Mestrado
Mestrado Integrado em Engenharia Biológica

Trabalho efetuado sob a orientação do
Professor Doutor António Vicente

Novembro de 2017

Nome: Ana Margarida Gomes Torres

Título da dissertação: Avaliação da estratégia de aplicação do revestimento e avaliação das propriedades microbiológicas e físico-químicas dos componentes de alimentos secos/com baixa atividade de água revestidos quando incorporados numa matriz “hidrofílica”

Orientador(es): Professor Doutor António Vicente

Ano de conclusão: 2017

Designação do Mestrado: Mestrado Integrado em Engenharia Biológica

DE ACORDO COM A LEGISLAÇÃO EM VIGOR, NÃO É PERMITIDA A REPRODUÇÃO DE QUALQUER PARTE DESTA DISSERTAÇÃO

Universidade do Minho,

Assinatura:

Agradecimentos

A realização desta dissertação de mestrado contou com importantes apoios e incentivos, sem os quais não se teria tornado realidade e pelos quais estou imensamente grata.

Em primeiro lugar, gostaria de agradecer à minha mãe, ao meu pai e à minha irmã, que me apoiaram não só neste percurso, mas como em toda a minha vida. Foram eles que sempre me deram a força e coragem necessária. Hoje, tudo o que sou devo, essencialmente, a vocês. Também gostaria de agradecer à minha restante família pelo apoio incondicional demonstrado.

À Frulact agradeço por me oferecer a possibilidade de realizar a minha dissertação na minha área de estudo e pelo tema que me foi proposto.

À Universidade do Minho e a todos os seus representantes, pelo ensino prestado ao longo de todo o percurso académico.

Ao meu orientador, Professor Doutor António Vicente, pelo seu total apoio e disponibilidade, pelo saber que me transmitiu, assim como pelas suas palavras de incentivo.

Aos colaboradores da Frulact, Eng^a Cândida, Luís Paulico, Isabela Franco, Rita Fulgêncio e Vítor Alves, por todo apoio e disponibilidade.

Ao Filipe Maciel, por toda ajuda e disponibilidade durante o processo, por todo o conhecimento que me transmitiu, agradeço. Sem esquecer também, todos os investigadores que trabalham no LIP, por toda a ajuda e simpatia demonstrada neste período de tempo que lá estive.

Aos meus colegas de estágio, e amigos, Ana Brandão, Ana Pereira, Andreia Gomes, Catarina Gabriel, Mariana Ferreira, Luís Sousa e Sara Cunha, pelo apoio e ajuda incondicional.

Por último, mas não menos importante, gostaria de agradecer à Bruna, à Teresa, à Vanessa, à Cátia Sofia, à Cátia Vanessa, à Juliana Lobo, à Juliana Oliveira, à Sara, à Ana Isabel, ao Tiago Loureiro e ao Tiago Sousa, por serem verdadeiros amigos e por nunca me deixarem sozinha ao longo destes anos.

“Tudo vale a pena quando a alma não é pequena”

Fernando Pessoa

Resumo

Os revestimentos edíveis têm sido alvo de uma cada vez maior atenção por parte da comunidade acadêmica e da indústria por darem resposta a diversos problemas relacionados com o armazenamento e com o *marketing* dos alimentos. Assim, este trabalho teve como objetivo desenvolver um revestimento que fornecesse uma barreira à humidade e que não alterasse as propriedades organolépticas do produto final. O propósito era revestir componentes secos, como cereais e bolachas, de forma a serem inseridos numa matriz hidrofílica, o iogurte.

Deste modo, foram produzidas três formulações distintas de forma a avaliar qual produzia um revestimento com as propriedades requeridas. Os materiais utilizados para a composição destas formulações foram óleo de coco, cera de abelha, cera de carnaúba e etilcelulose; e os componentes secos testados foram as bolas de chocolate da marca Continente, bolas de chocolate *Nesquick* da marca *Nestlé*, *Cookies crisp* da marca *Nestlé*, *Cookie drops butter* da marca *Coppenrath*, bolachas *Volkornkeks* da marca *Coppenrath*, *Corn flakes* da marca Continente e as bolachas *Circus mel* da marca Vieira de Castro.

Foram testados dois métodos de aplicação distintos, aplicação com o método de cortina e por aspersão. Ambos foram testados em equipamentos à escala laboratorial e com condições distintas de operação, variando essencialmente a geometria e temperatura de aplicação.

No método de aplicação de cortina estabeleceu-se a geometria do aplicador e a temperatura de revestimento (62 °C) que originaram resultados mais satisfatórios, sendo este método de aplicação mais adequado para cereais e bolachas com geometrias não esféricas. No método de aplicação por aspersão procedeu-se de igual modo; neste caso foi a temperatura do revestimento de 68 °C que apresentou melhores resultados, assim como uma percentagem de cera de 23,1 % (m/m) e uma massa de cereais de 25 g.

Apesar de os resultados obtidos mostrarem que as formulações apresentadas são barreiras eficazes contra a humidade, o método de aplicação precisa de ser melhorado. Assim para isso será necessário realizar mais ensaios e explorar outras soluções que possam existir.

Abstract

Edible coatings have had more attention from the academic community for providing the answer to a number of problems related to storage and marketing. The purpose of this work was to produce a coating that provides a moisture barrier when applied on dry/low water activity foods and does not alter the organoleptic properties of the final product. The aim was to coat dry components, such as cereals and cookies, to insert them into a hydrophilic matrix (yogurt).

Hence, three distinct formulations were produced in order to evaluate which one formed a coating with the required properties. Materials used in the composition of these formulations were coconut oil, beeswax, carnauba wax and ethylcellulose. The dry components tested were Continente brand chocolate balls, Nestle's Nesquick chocolate balls, Nestlé's cookies crisp, Coppenrath's cookie drops butter, Coppenrath's Volkornkeks wafers, Continente corn flakes and Circus wafers honey from Vieira de Castro.

Two different application methods were tested: curtain and spray. Both were tested in laboratory-scale equipment with different operating conditions, essentially varying the geometry and temperature of application.

In the curtain application method, applicator geometry and coating temperature (62 °C) were established, according to those which gave more satisfactory results. This method of application was shown to be more suitable for cereals and cookies with non-spherical geometries. The spray application method was carried out in the same manner; in this case, it was the coating temperature of 68 °C which showed the best results, as well as a wax percentage of 23,1 % (w/w) and a grain mass of 25 g.

Although results show that the formulations presented are effective barriers against moisture, the application method needs to be improved and exploited. In order to do this, it will be necessary to perform further tests and look for other solutions that may exist to improve the method.

Índice

Índice	vi
Índice de abreviaturas.....	ix
Índice de símbolos.....	x
Índice de figuras	xii
Índice de tabelas	xvi
1. Introdução	1
1.1. Motivação, Âmbitos e Objetivos	2
1.1.1. Motivação.....	2
1.1.2. Âmbito e objetivos	2
1.1.3. Organização da dissertação.....	3
1.2. Apresentação da empresa Frulact S.A.	4
2. Enquadramento teórico	5
2.1. Filmes e revestimentos edíveis	6
2.2. Revestimentos hidrofóbicos.....	8
2.2.1. Ceras.....	12
2.2.1.1. Cera de abelha.....	13
2.2.1.2. Cera de candelilla	14
2.2.1.3. Cera de carnaúba	15
2.2.2. Ácidos gordos e monoglicéridos	16
2.2.2.1. Óleo de coco.....	17
2.2.3. Resinas.....	18
2.3. Sistemas multicomponentes.....	18
2.4. Aplicação do revestimento.....	19
2.4.1. Métodos de aplicação	20
2.4.1.1. Imersão.....	20
2.4.1.2. Aspersão.....	20
2.4.1.3. Casting.....	21
2.4.2. Temperatura de aplicação.....	21
2.5. Avaliação das propriedades do revestimento.....	21
2.5.1. Propriedades físico-químicas	22
2.5.1.1. Espessura.....	22
2.5.1.2. Propriedades mecânicas	22
2.5.1.3. Capacidade de absorção em água (swelling)	23
2.5.1.4. Humidade	24
2.5.1.5. Atividade da água.....	24

2.5.2.	Propriedades microbiológicas	25
2.6.	Aumento de escala	26
3.	Materiais e métodos	31
3.1.	Formulações	33
3.2.	Estratégias de aplicação	34
3.2.1.	Aplicação sob a forma de cortina	34
3.2.2.	Aplicação com o bombo de gragear	36
3.2.2.1.	Testes preliminares com o tambor	37
3.2.2.2.	Testes no tambor	39
3.3.	Propriedades físico-químicas do revestimento	41
3.3.1.	Espessura do revestimento	41
3.3.2.	Massa de revestimento utilizada	42
3.3.3.	Humidade	42
3.3.4.	Swelling	42
3.3.5.	Atividade da água (a_w)	43
3.3.6.	Análise de textura	43
3.4.	Análises microbiológicas do revestimento	43
3.4.1.	Carga mesofílica	44
3.4.2.	Bolores e leveduras	44
3.4.3.	Organismos formadores de esporos	44
3.4.3.1.	Mesófilos formadores de esporos	44
3.4.3.2.	Termófilos formadores de esporos	44
3.4.3.3.	Mesófilos formadores de esporos anaeróbios	44
3.4.3.4.	Termófilos formadores de esporos anaeróbios	45
4.	Resultados e discussão	47
4.1.	Aplicação com cortina	48
4.2.	Aplicação com o tambor – testes preliminares	49
4.2.1.	Permeabilidade à água	51
4.2.2.	Espessura	52
4.2.3.	Swelling e textura	53
4.3.	Aplicação com o tambor	55
4.3.1.	Formulação 1 – óleo de coco e cera de abelha	55
4.3.1.1.	Propriedades do revestimento	72
4.3.2.	Formulação 2 – óleo de coco e cera de carnaúba	73
4.3.3.	Formulação 3 – óleo de coco, cera de abelha e etilcelulose	77
4.4.	Análises microbiológicas	79

5. Conclusões.....	81
Bibliografia	85
Anexos.....	91

Índice de abreviaturas

BPW - água peptonada tamponada

CA - cera de abelha

CC - cera de carnaúba

DRBC - cloranfenicol de diclorano rosa-bengala

EB - elongação

EC - etilcelulose

EFSA - *European Food Safety Agency*

GRAS - geralmente considerado seguro

HR - humidade relativa

IUPAC - *International Union of Pure and Applied Chemistry*

OC - óleo de coco

PCA - agar de contagem em placa

RCM - meio de *clostridia* reforçado

TS - resistência à tração

UFC - unidades formadoras de colónias

WVP - permeabilidade ao vapor de água

WVTR - taxa de transferência de vapor de água

Índice de símbolos

Δm – quantidade de vapor de água transferido

Δp – gradiente de pressão de vapor parcial

Δt – período de tempo

<5% - número de cereais com uma percentagem de *swelling* inferior a 5 %

<10 % - número de cereais com uma percentagem de *swelling* inferior a 10 %

A – área do filme

E_{cr} – espessura do cereal revestido

E_r – espessura do revestimento

int – número de cereais inteiros

m_c - massa de cereais

m_{cr} – massa dos cereais revestidos

m_r - massa do revestimento

N_a – número de aplicações

p – pressão

p_0 – pressão do vapor de água pura

$P_{ar\ comprimido}$ – presença de ar comprimido

s_w - *swelling*

T – existência do controlo de temperatura

t_1 – período de tempo 1

t_2 – período de tempo 2

t_3 – período de tempo 3

t_4 – período de tempo 4

T_c – temperatura do revestimento no interior do copo

T_f – temperatura de fusão

T_g – temperatura de transição vítrea

T_r – temperatura do revestimento

v – velocidade de rotação

v_r – velocidade relativa das reações

Y – módulo de *young*

x – espessura do filme

Índice de figuras

Figura 2.2.1. Permeabilidade do vapor de água de alguns ácidos gordos a diferentes gradientes de humidade relativa (HR) (Koelsch 1992).

Figura 2.2.2. Imagem de cera de abelha (canto superior esquerdo), cera de carnaúba (canto superior direito) e cera de candelila (em baixo).

Figura 2.3.1. Fórmula estrutural da etilcelulose (Murtaza 2012).

Figura 2.5.1. Atividade da água e a velocidade relativa das reações a ela associada (Filho 2013).

Figura 2.6.1. Esquema de um processo de revestimento.

Figura 2.6.2. Fluxograma do processo de revestimento.

Figura 3.1. Imagens dos cereais apresentados na Tabela 3.1.1.

Figura 3.2.1. Imagem ilustrativa do equipamento utilizado na aplicação do método de cortina.

Figura 3.2.2. Diferentes geometrias usadas na aplicação do método de cortina, 1 abertura (1), 2 aberturas (2), 1 abertura utilizando uma peça plástica (3) e 2 aberturas com utilização de uma peça plástica (4).

Figura 3.2.3. Imagem ilustrativa do bombo de granjear tamanho 1 (1) e tamanho 2 (2).

Figura 3.3.1. Medições de espessura de uma bola de chocolate (A), da *cookie crisp*, da superfície inferior e superior (B) e lateral (C).

Figura 4.1.1. Cereais revestidos, superfície superior (A) e lateral (B), com método de cortina.

Figura 4.2.1. Cereais revestidos após aplicação, com recurso à pistola de ar quente.

Figura 4.2.2. Cereais revestidos após aplicação de farinha de aveia integral.

Figura 4.2.3. *Cookies crisp* (A) e bolas de chocolate (B) revestidos, Ensaio 9.

Figura 4.2.4. Bolas de chocolate marca Continente após 3 dias em água destilada.

Figura 4.2.5. Bolas de chocolate do Ensaio 9 após catorze dias em água destilada.

Figura 4.2.6. Resultados de *swelling* das bolas de chocolate marca Continente do Ensaio 9.

Figura 4.2.7. Perfil de um cereal crocante (A) e de um cereal não crocante (B).

Figura 4.2.8. Perfis de compressão das bolas de chocolate após quatro dias (A) e oitenta e quatro dias (B) em água, e respetivas durezas médias para o Ensaio 9 (C).

Figura 4.3.1. Imagens das bolas de chocolate marca Continente do Ensaio 1 (1), do Ensaio 2 (2), do Ensaio 3 (3), do Ensaio 4 (4), do Ensaio 5 (5) e do Ensaio (6) revestidos com a formulação 1.

Figura 4.3.2. Percentagem de *swelling* dos diferentes ensaios para os diferentes períodos de tempo para as bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 1.

Figura 4.3.3. Perfis de compressão após quatro dias (A), onze dias (B), sessenta e quatro dias (C) e sessenta e sete dias (D), e ainda as durezas médias, e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (E) para o Ensaio 1 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 1.

Figura 4.3.4. Perfis de compressão após onze dias em água (A) e as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (B) para o Ensaio 2 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 1.

Figura 4.3.5. Perfis de compressão após quatro dias (A), onze dias (B), sessenta e cinco dias (C) e sessenta e sete dias (D) em água, e ainda as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (E) para o Ensaio 3 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 1.

Figura 4.3.6. Perfis de compressão após quatro dias (A) e trinta e sete dias (B) em água, e ainda as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (C) no Ensaio 4 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 1.

Figura 4.3.7. Perfis de compressão após quatro dias (A), onze dias (B) e vinte e oito dias (C) em água, e ainda as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (D) para o Ensaio 5 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 1.

Figura 4.3.8. Perfis de compressão após quatro dias (A), onze dias (B) e vinte e sete dias (C) em água, e ainda as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (D) para o Ensaio 6 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 1.

Figura 4.3.9. Imagens das *Cookies crisp* do Ensaio 1 (1), do Ensaio 2 (2) e do Ensaio 3 (3) revestidos com a formulação 1.

Figura 4.3.10. Percentagem de *swelling* dos diferentes ensaios para diferentes períodos de tempo das *Cookies crisp* revestidos com a formulação 1.

Figura 4.3.11. Perfis de compressão após onze dias (A), vinte e cinco dias (B) e vinte e seis dias (C) em água, e ainda as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (D) para o Ensaio 2 das *Cookies crisp* revestidos com a formulação 1.

Figura 4.3.12. Perfis de compressão após quatro dias (A), após sessenta e um dias (B) em água, e as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ este parâmetro não é calculado) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (C) para o Ensaio 3 das *Cookies crisp* revestidos com a formulação 1.

Figura 4.3.13. Bolas de chocolate *Nesquick* revestidas com uma bicamada.

Figura 4.3.14. Cerais revestidos com a bicamada.

Figura 4.3.15. Imagens das bolas de chocolate do Ensaio 1 (1) e do Ensaio 2 (2) das bolas de chocolate marca Continente revestidas com a formulação 2.

Figura 4.3.16. Percentagem de *swelling* dos diferentes ensaios para diferentes períodos de tempo das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 2.

Figura 4.3.17. Perfis de compressão após quatro dias (A), após onze dias (B) e após quarenta e sete dias (C) em água, e as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo

(D) para o Ensaio 1 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 2.

Figura 4.3.18. Perfis de compressão após quatro dias (A), onze dias (B) e sessenta e dois dias (C) em água, e as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (D) para o Ensaio 2 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 2.

Figura 4.3.19. Bolas de chocolate revestidas com a formulação 3.

Figura 4.3.20. Percentagem de *swelling* para diferentes períodos de tempo do Ensaio 1 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 3.

Figura 4.3.21. Perfis de compressão após quatro dias (A) e quarenta dias (B) em água e as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (para $n \leq 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (C) para o Ensaio 1 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 3.

Índice de tabelas

Tabela 2.2.1. Permeabilidade do vapor de água (WVP) de diferentes revestimentos monocamada

Tabela 2.2.2. Permeabilidade do vapor de água (WVP) de diferentes revestimentos bicamada e emulsão

Tabela 2.2.3. Aplicações e respetivo teor máximo permitido da cera de carnaúba

Tabela 2.2.4. Constituintes, e respetivo conteúdo (%), do óleo de coco (Rahman, 2017)

Tabela 2.6.1. Fatores que afetam o processo de revestimento

Tabela 3.1. Componentes secos nos quais foram aplicados os revestimentos

Tabela 3.1.1. Composição mássica, % (m/m), de óleo de coco, OC, cera de abelha, CA, cera de carnaúba, CC, e etilcelulose, EC, para as diferentes formulações

Tabela 3.2.1. Ensaio e diferentes condições, geometria e Temperatura do revestimento (T_r), associados

Tabela 3.2.2. Ensaio preliminares com respetivas condições de operação, presença de pistola de ar comprimido ($P_{ar\ comprimido}$), a pressão da pistola de ar comprimido (p), a temperatura de revestimento (T_r), geometria e controlo de temperatura (T)

Tabela 3.2.3. Ensaio com as diferentes condições de operação, número de aplicações (N_a), temperatura do copo (T_c), a percentagem de cera de abelha (CA), a massa de cereais (m_c), a velocidade de rotação (v_c) e a existência de arrefecimento para as bolhas de chocolate da marca Continente

Tabela 3.2.4. Ensaio com as diferentes condições de operação, número de aplicações (N_a), temperatura do copo (T_c), a percentagem de cera de abelha (CA), a massa de cereais (m_c), a velocidade de rotação (v_c) e a existência de arrefecimento para as *Cookies crisp* da marca *Nestlé*

Tabela 3.2.5. Ensaio com as diferentes condições de operação, número de aplicações (N_a), temperatura do copo (T_c), a percentagem de cera de abelha (CA), a massa de cereais

(m_c), a velocidade de rotação (v_c) e a existência de arrefecimento para as bolhas de chocolate marca Continente

Tabela 3.2.6. Ensaios com as diferentes condições de operação, número de aplicações (N_a), temperatura do copo (T_c), a percentagem de cera de abelha (CA), a massa de cereais (m_c), a velocidade de rotação (v_c) e a existência de arrefecimento para as bolhas de chocolate marca Continente

Tabela 3.2.7. Ensaio com as diferentes condições de operação, número de aplicações (N_a), temperatura do copo (T_c), a percentagem de cera de abelha (CA), a massa de cereais (m_c), a velocidade de rotação (v_c) e a existência de arrefecimento para as bolhas de chocolate marca Continente

Tabela 4.2.1. Espessura do revestimento (E_r) e a Espessura do cereal revestido (E_{cr}) das bolas de chocolate marca Continente do Ensaio 9 (n=30)

Tabela 4.2.2. Espessura do revestimento (E_r) e a Espessura do cereal revestido (E_{cr}) das *Cookies crisp* chocolate marca Nestlé do Ensaio 9 (n=30)

Tabela 4.3.1. Espessura dos cereais revestidos (E_{cr}), massa dos cereais revestidos (m_{cr}), espessura do revestimento (E_r) e massa do revestimento (m_r) dos diferentes ensaios das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 1 (n=30)

Tabela 4.3.2. Número de cereais inteiros ($int/10$), com uma percentagem de *swelling* inferior a 10% (<10%) e inferior a 5% (<5%), em diferentes períodos de tempo após colocação em água para as bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 1

Tabela 4.3.3. Espessura dos cereais revestidos (E_{cr}) e a espessura do revestimento (E_r) da superfície superior e inferior (S_{inf} e S_{sup}) e da superfície lateral (S_{lat}), massa dos cereais revestidos (m_{cr}) e massa do revestimento (m_r) dos diferentes ensaios das *Cookies crisp* revestidos com a formulação 1 (n=30)

Tabela 4.3.4. Ensaios com o número de cereais inteiros ($int/10$), e com uma percentagem de *swelling* inferior a 10% (<10%) e inferior a 5% (<5%), em diferentes períodos de tempo das *cookies crisp* revestidos com a formulação 1

Tabela 4.3.5. Espessura dos cereais revestidos (E_{cr}), massa dos cereais revestidos (m_{cr}), espessura do revestimento (E_r) e massa do revestimento (m_r) dos diferentes ensaios dos cereais *Nesquick* revestidos com a bicamada (n=30)

Tabela 4.3.6. Ensaios com o número de cereais inteiros ($int/10$), e com uma percentagem de *swelling* inferior a 10% (<10%) e inferior a 5% (<5%), em diferentes períodos de tempo dos cereais *Nesquick* revestidos com bicamada

Tabela 4.3.7. Espessura dos cereais revestidos (E_{cr}), massa dos cereais revestidos (m_{cr}), espessura do revestimento (E_r) e massa do revestimento (m_r) dos diferentes ensaios das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 2 (n=30)

Tabela 4.3.8. Ensaios com o número de cereais inteiros ($int/10$), e com uma percentagem de *swelling* inferior a 10% (<10%) e inferior a 5% (<5%), em diferentes períodos de tempo das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 2

Tabela 4.3.9. Espessura dos cereais revestidos (E_{cr}), massa dos cereais revestidos (m_{cr}), espessura do revestimento (E_r) e massa do revestimento (m_r) do ensaio das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 3 (n=30)

Tabela 4.3.10. Ensaios com o número de cereais inteiros ($int/10$), e com uma percentagem de *swelling* inferior a 10% (<10%) e inferior a 5% (<5%), em diferentes períodos de tempo das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 3

Tabela 4.4.1. Resultados das análises microbiológicas ao óleo de coco e cera de abelha

Tabela 4.4.2. Resultados das análises microbiológicas à formulação 1

Tabela A.1. Medição do teor da humidade do revestimento óleo de coco e cera de abelha

Tabela A.2. Medição da atividade da água

1. Introdução

1.1. Motivação, Âmbitos e Objetivos

1.1.1. Motivação

As embalagens são um elemento fundamental de todos os sistemas de produção alimentar. As embalagens sintéticas e os problemas ambientais que lhes estão associados resultaram na procura de novos materiais e formatos diferentes. Neste âmbito acredita-se que os revestimentos edíveis, tais como biopolímeros, ceras, possam constituir uma fonte alternativa para o desenvolvimento de novos métodos de embalagem. No entanto, esta alternativa ainda necessita de maturação a nível comercial, melhorando as suas propriedades e reduzindo os seus custos de produção e de aplicação. Adicionalmente serão necessários mais incentivos para o seu desenvolvimento e melhoramento (Parra D.F. *et al*, 2004).

Nos últimos anos, os resíduos gerados pela produção e consumo de produtos alimentares tem sido um tema recorrente, sendo as embalagens sintéticas um dos principais contributos para a geração destes (Pinheiro A.C. *et al*, 2010). Cerca de 150 milhões de toneladas de plásticos são produzidas anualmente em todo o mundo, levando a diversos impactos ecológicos e ambientais. Assim, este revestimento iria diminuir o uso de plástico em iogurtes bicompartimentados necessário para separar a matriz hidrofílica, o iogurte, dos cereais (Parra D.F. *et al*, 2004).

Para além do que foi referido anteriormente existe uma exigência crescente, por parte dos consumidores, de produtos alimentares com maior qualidade, prontos a comer e inovadores. Os revestimentos edíveis surgem como resposta a estes desafios e neste caso em particular, apresentar ao consumidor um produto diferenciador. Ainda, a capacidade acrescida dos revestimentos melhorarem as propriedades organoléticas dos géneros alimentícios torna-se uma vantagem relativamente à concorrência.

É importante que a indústria alimentar se torne mais sustentável, obtendo produtos e criando processos com o menor impacto possível, respeitando o conceito de ecologia industrial.

1.1.2. Âmbito e objetivos

No âmbito do presente trabalho pretende-se a avaliação de estratégias de aplicação de revestimentos, bem como a avaliação das suas propriedades físico-químicas de componentes com baixa atividade de água quando incorporados numa matriz hidrofílica. Mais concretamente, a aplicação de um revestimento edível a produtos alimentares com

baixa atividade da água, como cereais e bolachas, para que possam ser incorporados em matrizes hidrofílicas (iogurte).

Os revestimentos edíveis estão a ganhar cada vez mais importância, uma vez que dão resposta a vários desafios relacionados com o armazenamento e *marketing* dos produtos alimentares, surgindo como uma alternativa para reduzir os efeitos prejudiciais impostos pelo processamento e manuseamento dos alimentos.

Deste modo, tem-se como objetivo a obtenção de um revestimento que seja capaz de cobrir uniformemente a superfície, que tenha uma boa adesão à mesma e que proporcione uma barreira à humidade eficiente. Esta barreira deverá ser macia e flexível de forma a formar uma superfície contínua, que não quebre durante o manuseamento, mas que seja facilmente penetrável durante o consumo. Adicionalmente, as suas propriedades organolépticas não devem ser uma objeção para o consumidor e deverá ser facilmente produzido e de aplicação fácil.

Foi realizada uma pesquisa sobre o tipo de componentes passíveis de serem utilizados na produção deste revestimento. Bem como uma pesquisa sobre os testes necessários para avaliar as suas propriedades mecânicas e microbiológicas, referindo ainda diversos métodos de aplicação dos mesmos. Posteriormente foram desenvolvidas três formulações distintas e estudados dois métodos de aplicação de modo a concluir quais as condições que permitiriam um melhor resultado.

1.1.3. Organização da dissertação

A presente dissertação encontra-se dividida em 5 seções. A introdução, na qual se explica a motivação, o âmbito e os objetivos do presente trabalho.

O enquadramento teórico, no qual se define os revestimentos edíveis, bem como os materiais que os constituem. Faz-se ainda referência às estratégias de aplicação e propriedades importantes a serem avaliadas.

Na seção de materiais e métodos é apresentado o protocolo experimental utilizado, os materiais e a metodologia que serviu de base à realização da dissertação.

Os resultados e discussão, na qual é apresentado os principais resultados e a discussão dos mesmos.

Na conclusão, relacionam-se as principais conclusões apresentadas com os principais objetivos desta dissertação.

1.2. Apresentação da empresa Frulact S.A.

A Frulact S.A. é uma empresa familiar, do setor agroalimentar, sediada na Maia. A sua atividade consiste, essencialmente, na conceção, desenvolvimento e produção de preparados de fruta para a indústria alimentar, mais concretamente, aplicação em lacticínios, pastelaria industrial, gelados e bebidas.

Foi fundada em 1987, no quintal da moradia da família em Leça, cerca de cinco anos depois foi construída uma fábrica na zona industrial da Maia. O grupo Frulact tem seguido um crescimento estratégico, expandindo-se primeiramente para a Covilhã, com aquisição de uma unidade fabril em Ferro e em 1999, ocorre a internacionalização da empresa com a sua chegada a Marrocos. Em 2006, inauguram uma nova unidade industrial em Tortosendo, Covilhã, sendo esta uma unidade de referência a nível mundial.

Acompanhando a internacionalização, a Frulact realiza um enorme investimento na tecnologia e inovação, antecipando as tendências do mercado, desenvolvendo melhores processos de fabrico e produtos que sustentem as políticas de consumo atuais. Para tal foi criado, na sua sede na Maia, um centro de investigação designado de Frutech, centro de Investigação, Desenvolvimento e Inovação (ID&I). Esta forte aposta na inovação e tecnologia permite que esta empresa se destaque e alcance o objetivo de ser a empresa mais inovadora do mercado.

Atualmente a empresa encontra-se a operar no mercado europeu onde é o maior exportador de preparados de fruta da península ibérica e quarto maior da Europa. Possui três fábricas na Europa e ainda uma no Norte de África, no Médio Oriente e na África do Sul.

2. Enquadramento teórico

2.1. Filmes e revestimentos edíveis

A degradação da qualidade dos alimentos devido a mudanças químicas ou a reações químicas são, na maioria das vezes, causadas pela transferência de massa quer entre o meio ambiente e o produto, quer internamente. As embalagens tradicionais poderão retardar a perda ou o ganho de humidade, mas não podem ser aplicadas para isolar ou separar diferentes alimentos de um produto, por exemplo os cereais do iogurte. Uma das soluções possíveis é a aplicação de revestimentos edíveis (Morrilon *et al*, 2002).

Revestimentos e filmes edíveis são camadas finas de uma solução comestível de um biopolímero, cera ou outro material biológico, aplicadas na superfície dos alimentos de modo a providenciar uma barreira para estes ou melhorar uma característica específica. Estes termos são frequentemente empregues sem distinção, mas é importante realçar a diferença entre eles. Desta forma, o filme é uma película formada pela secagem da solução preparada separadamente do alimento, sendo este posteriormente aplicado. O revestimento pode ser definido como uma suspensão ou emulsão aplicada diretamente na superfície do alimento que após a secagem leva à formação de um filme (Dhall, 2012; Pinheiro *et al*, 2010).

Os revestimentos e filmes edíveis são, de uma forma geral, constituídos por proteínas, polissacarídeos e lípidos. Estes têm a vantagem, em relação aos sintéticos, o facto de serem biodegradáveis e serem provenientes, maioritariamente, de fontes renováveis (Rhim e Shellhammer 2005).

O revestimento ideal deve obedecer a determinados requisitos tais como, não conter compostos tóxicos, alergénicos ou não-digeríveis. Este deverá constituir uma barreira semipermeável, tendo como principal objetivo aumentar o tempo de vida de prateleira dos produtos alimentares pelo controlo de humidade, oxidação, troca de gases, taxa de respiração e troca de solutos, isto é, controlar reações e fenómenos que provoquem a deterioração ou perda de qualidade do produto. Estes revestimentos podem ainda providenciar uma proteção física, reduzindo fraturas e danos mecânicos nos alimentos. Por vezes, a função protetora dos filmes edíveis pode ser melhorada pela adição de antioxidantes ou componentes antimicrobianos, podem ainda ter como função a libertação de aromas ou melhoria da cor do alimento. É ainda importante, que este seja facilmente produzido e economicamente viável (Pavlath & Orts, 2009; Pinheiro *et al*, 2010; Rhim & Shellhammer, 2005).

No entanto, este tipo de revestimento pode apresentar desvantagens ou alguns problemas, sendo um deles a alteração das características sensoriais do alimento. A título de exemplo, as propriedades de barreira de gases poderão induzir anaerobiose, interferindo com o amadurecimento natural do produto, se for o caso. Surge ainda a preocupação dos consumidores para com os aditivos utilizados e com a presença de alergénicos. Outras preocupações são o custo, os materiais utilizados ou o equipamento necessário, que podem aumentar significativamente os custos de produção. Adicionalmente, problemas como a falta de elasticidade ou más propriedades mecânicas que poderão causar problemas na sua aplicação (Dhall, 2012; Pinheiro *et al*, 2010).

Deste modo os revestimentos edíveis deverão ter determinadas propriedades de acordo com a aplicação pretendida. Neste caso, será necessária uma barreira impermeável à humidade de forma a manter as propriedades organoléticas do produto final, os cereais ou bolachas inseridas no iogurte (Sonti 2003).

Os revestimentos edíveis estão classificados em três grupos de acordo com os compostos que são a parte principal da sua constituição: proteínas, polissacarídeos e lípidos.

Cada grupo tem diferentes propósitos de aplicação, vantagens e desvantagens. Devido à sua natureza hidrofílica os revestimentos constituídos por hidrocolóides (proteínas e polissacarídeos) apresentam elevada permeabilidade ao vapor de água, sendo maioritariamente utilizados quando é necessária uma boa barreira ao oxigénio, a uma baixa ou intermédia humidade relativa, e boas propriedades mecânicas. A fonte de proteína utilizada poderá ser o milho, o soro de queijo, a soja, entre outros, é importante referir que estas fontes constituem um conjunto de proteínas e não apenas uma isolada. Os polissacáridos usados podem ser o alginato, o quitosano, o carragenato, entre outros. Para melhorar a barreira à humidade poderão ser adicionado compostos hidrofóbicos, como agentes tensioativos (Guilbert *et al*, 1996; Pavlath & Orts, 2009).

Os revestimentos hidrofóbicos têm por base componentes lipídicos, como por exemplo as ceras. Outros lípidos passíveis de serem utilizados são os monoglicéridos acetilados sintéticos, cuja a aplicação em carne e peixe foi aprovado pela *Food and Drugs Administration*, que apresentam características semelhantes às ceras naturais. Este tipo de revestimento começou a ser utilizado em citrinos permitido ainda proteger da abrasão provocada pelo transporte (Tanada-Palmu & Grosso, 2005; Wu, 2002).

Estes compostos podem formar um filme ou revestimento simples, ou uma mistura de vários, de acordo com o objetivo pretendido. Os revestimentos “compostos” têm como

vantagem a possibilidade de tirarem partido das propriedades de cada composto e da sinergia entre estes (Aguille-Joya *et al.*, 2016).

Uma vez que o objetivo é a aplicação de um revestimento em cereais para que estes possam ser aplicados em iogurte de forma a manter a sua firmeza e textura, isto é evitar as trocas de água, os lípidos deverão fazer parte da constituição da matriz devido à sua baixa afinidade para com a água (Bourlieu *et al.*, 2009).

De modo a que possam ser consumidos e comercializados, estes produtos, como parte integrante do alimento, devem obedecer às agências regulatórias de cada país, que no caso da Europa é a *European Food Safety Society* (EFSA) e no caso dos Estados Unidos da América é a *Food and Drugs Administration*. A título de exemplo, de acordo com a legislação dos Estados Unidos da América, o revestimento é considerado parte integrante do alimento, e por isso, deve obedecer ao *Code of Federal Regulations*. Relativamente à Europa, de um ponto de vista legal, estes são considerados como aditivos alimentares, sendo abrangidos pelo regulamento europeu N°1129/2011, tendo em especial atenção a potencial presença de alergénios que possam provir dos seus constituintes (Shekhar e Howlader 2017). Assim, na comunidade europeia os ingredientes que podem ser utilizados na constituição dos revestimentos são a celulose, gomas, amido, carragenato, alginato, gelano e quitosano, como polissacarídeos; glúten, proteína de soja, proteína do soro e caseína, como proteínas; e cera de abelha, cera de carnaúba, cera de candelila, goma-laca, óleos vegetais e ésteres de ácidos gordos, como lípidos (Dhall R. K., 2012; Olivas e Barbosa-Cánovas, 2009; Pinheiro *et al.*, 2010).

2.2. Revestimentos hidrofóbicos

Os revestimentos hidrofóbicos são constituídos essencialmente por lípidos e constituem boas barreiras à humidade, no entanto são, geralmente opacos, relativamente inflexíveis, instáveis, podendo originar rancidez, e podem gerar alterações nas propriedades organoléticas, dependendo do composto utilizado. Estes componentes são os mais antigos utilizados na produção de revestimentos e têm vindo a ser usados por mais de 800 anos para revestir produtos de confeitaria e frutas (Dhall, 2012; Gallo *et al.*, 2000). Possuem baixa afinidade com a água o que explica a sua baixa permeabilidade a esta substância e elevada resistência à humidade (Beirão da Costa, 1998; Pavlath & Orts, 2009).

Poderá ser utilizado uma enorme variedade de componentes na produção dos revestimentos edíveis, tudo depende da aplicação e do objetivo final. A título de exemplo, a manteiga de cacau é bastante utilizada na indústria da confeitaria, as ceras de abelha são utilizadas nas rolhas de cortiça, enquanto que os vernizes e as gomas são mais utilizados na indústria farmacêutica (Talbot, 1994).

A polaridade dos constituintes dos lípidos terá de ser considerada, isto é, a distribuição do potencial eletrostático destes nas moléculas, que por sua vez depende do grupo químico, do comprimento da cadeia alifática e do grau de insaturação. À medida que o número de carbono dos álcoois e ácidos gordos aumenta, entre 14 e 18, maior será a eficácia da barreira contra a humidade, visto que a parte não polar da molécula aumenta (Morillon *et al*, 2002).

A permeabilidade ao vapor de água dos revestimentos é afetada por diversos fatores tais como, a natureza dos componentes, a estrutura do revestimento, o tipo de cristal de gordura, o tamanho, a forma e a distribuição dos lípidos, e ainda a termodinâmica, como a temperatura e pressão de vapor (Morillon *et al*, 2002). Nas Tabelas 2.2.1 e 2.2.2 encontram-se apresentados os valores de permeabilidade ao vapor de água (WVP) de diferentes revestimentos.

Pelas tabelas é possível verificar que as ceras apresentam menores valores de WVP, em gradientes de humidade relativa maiores, indo de encontro com o objetivo pretendido uma vez que a matriz nos quais os cereais serão inseridos apresenta valores de humidade elevados. A eficiência de barreira dos filmes bicamada é da mesma ordem de magnitude que os lípidos puros e é bastante menor do que a das emulsões.

A composição e estrutura dos filmes edíveis afeta os mecanismos de transferência de água, assim como as suas propriedades físico-químicas. Os fatores que afetam as propriedades funcionais dos filmes edíveis poderão ser agrupados em aqueles que dizem respeito à composição e aquelas que dizem respeito à estrutura (Morillon *et al*, 2002).

Tabela 2.2.1. Permeabilidade do vapor de água (WVP) de diferentes revestimentos monocamada

Composição	Temperatura /°C	Gradiente de humidade relativa /%	WVP / 10⁻¹¹ g m⁻¹ s⁻¹ Pa⁻¹
Cera de parafina	25	0-100	0,02
Cera de candelilla	25	0-100	0,02
Cera de carnaúba e goma laca	30	0-92	0,18
Cera de carnaúba e monoesterato de glicerol	25	22-100	35
Cera microcristalina	25	0-100	0,03
Cera de abelha	25	0-100	0.06
Ácido cáprico	23	12-56	0,38
Ácido mirístico	23	12-56	3,47
Ácido palmítico	23	12-56	0,65
Ácido esteárico	23	12-56	0,22
Goma laca	30	0-100	0,42-1,03
Trioleína	25	22-84	12,1
Óleo de amendoim hidrogenado	25	0-100	390
Manteiga de cacau não temperada	26,7	0-75	23,5
Manteiga de cacau temperada	26,7	0-100	26,8

Tabela 2.2.2. Permeabilidade do vapor de água (WVP) de diferentes revestimentos bicamada e emulsão

Composição	Temperatura /°C	Gradiente de humidade relativa /%	WVP / 10⁻¹¹ g m⁻¹ s⁻¹ Pa⁻¹
Bicamada			
Metilcelulose e cera de parafina	25	22-84	0,2-0,4
Metilcelulose e cera de abelha	25	0-100	0,058
Metilcelulose e cera de carnaúba	25	0-100	0,033
Metilcelulose e cera de candelilla	25	0-100	0,018
Emulsão			
Caseinato de sódio e monoglicerídeo acetilado	25	0-100	18,3-42,5
Caseinato de sódio e cera de abelha	25	0-100	11,1-42,5
Glúten de trigo e ácido oleico	30	0-100	7,9
Glúten de trigo e lecitina de soja	30	0-100	10,5

A eficiência dos materiais lipídicos depende da natureza do lípido utilizado, em particular da sua estrutura, o seu arranjo químico, hidrofobicidade, e estado físico (sólido ou líquido). A interação dos lípidos com outros componentes também é um fator a considerar (Balsdwin, 1996; Bourlieu *et al.*, 2009; Lee, 2003).

Em água, as moléculas lipídicas formam micelas, monocamadas, bicamadas ou vesículas devido à forte auto-atração coesiva das moléculas de água que repelem as cadeias lipídicas (Aguille-Joya *et al.*, 2016).

A polaridade dos constituintes lipídicos também terá de ser considerada, isto é, a distribuição dos potenciais eletrostáticos das moléculas que depende dos grupos

químicos, do comprimento da cadeia alifática e da presença de insaturação (Aguille-Joya *et al*, 2016).

Os ácidos gordos insaturados são menos eficientes no controlo da migração da humidade uma vez que são mais polares do que os lípidos saturados. De facto, os filmes que contêm o ácido esteárico e palmítico têm melhor eficiência a reduzir a transferência de humidade do que o ácido oleico. Quando o nível de saturação aumenta o ponto de fusão dos lípidos diminui (Aguille-Joya *et al*, 2016). A Figura 2.2.1 apresenta a permeabilidade dos diferentes ácidos gordos.

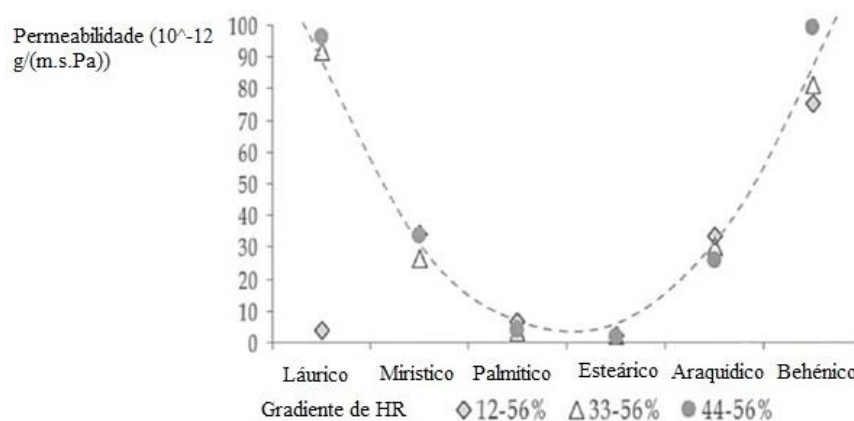


Figura 2.2.1. Permeabilidade do vapor de água de alguns ácidos gordos a diferentes gradientes de humidade relativa (HR) (Koelsch 1992).

As ceras são as substâncias com maior eficiência no que diz respeito à permeabilidade de água, uma vez que são altamente hidrofóbicas devido ao seu elevado conteúdo de álcoois gordos de cadeia longa e de alcanos de cadeia longa (Aguille-Joya *et al*, 2016).

Uma das desvantagens destes revestimentos é a sua fragilidade e fracas propriedades mecânicas; para ultrapassá-la muitas vezes são complementados com polissacarídeos ou proteínas (Balsdwin, 1996; Bourlieu *et al*, 2009; Lee, 2003).

2.2.1. Ceras

Historicamente têm sido utilizadas ceras para revestir frutos, principalmente citrinos, e produtos de confeitaria. O termo ceras é o termo coletivo para as ceras naturais e sintéticas, substâncias não polares que possuem determinadas propriedades, tais como,

maleabilidade à temperatura ambiente, fragilidade quando sólido, com tamanhos de cristal muito variáveis, translúcidas a opacas, de uma viscosidade relativamente baixa mesmo ligeiramente acima do ponto de ebulição, tendo uma consistência e solubilidade dependente da temperatura, e a capacidade de serem polidas por uma pressão ligeira (Kester e Fennemma 1986).

A cera é um éster de cadeia longa do ácido alifático com uma cadeia longa do álcool alifático. Estas são insolúveis em água, e não se espalham para formar uma monocamada na superfície. Têm uma elevada hidrofobicidade, e têm solubilidade em solventes orgânicos, como o hexano, clorofórmio ou benzeno. Estas substâncias pertencem à classe dos lípidos não polares, ou seja, não possuem constituintes ou partes hidrofílicas que permita uma interação com a água. Isto explica a razão pela qual são a barreira mais eficiente ao vapor de água (Dhall, 2012; Rhim & Shellhammer, 2005, Aguille-Joya *et al*, 2016).

As ceras dividem-se essencialmente em três tipos, as de origem animal, tais como a cera de abelha e cera de goma laca; ceras vegetais, como a cera de carnaúba e cera de candelilla; e as ceras sintéticas e de origem mineral, tendo como exemplo a cera de parafina e de Montana (Dhall 2012).

2.2.1.1. Cera de abelha

A cera de abelha (Figura 2.2.2(1)) é uma cera natural produzida a partir do mel das abelhas. O seu ponto de fusão encontra-se entre os 62 °C e 65 °C, pelo que a temperatura de operação terá de ser sempre superior a esta de forma a impedir a solidificação da mistura (Fisher Scientific, 2017). Não é solúvel em água, no entanto é solúvel em álcool e tem uma densidade, a 20 °C entre os 0,95 g/cm³ e 0,97 g/cm³ (Aguille-Joya *et al*, 2016).

As abelhas usam a cera para construir as suas colmeias. É produzida por abelhas jovens que a segregam como líquido através de glândulas. Diferentes espécies de abelhas podem dar origem a cera com propriedades químicas e físico químicas diferentes. É sólida à temperatura ambiente e possui uma cor ligeiramente amarelada. O seu processo de extração pode ser realizado recorrendo a água quente ou a vapor, de forma a derreter a cera, originando um material bastante estável (Aguille-Joya *et al*, 2016).

Este composto terá de ser apresentado no rótulo com o número de aditivo E901, de acordo com o regulamento europeu N°1129/2011. Este regulamento apenas faz

referência ao uso de cera de abelha em bolachas com gelado pré-embaladas, no tratamento da superfície de citrinos, melões, maçãs, pêras, pêssegos e ananases e como agente de revestimento em frutos de casca rígida, nos quais o limite máximo é *quantus satis*. Referem ainda o seu uso como agente de revestimento em produtos de cacau e chocolate, outros produtos de confeitaria, gomas de mascar, produtos de decoração, revestimento ou recheio à base de fruta, produtos de padaria fina, aperetivos à base de batata, farinha ou amido, frutos de casca rija transformados e em suplementos alimentares, com o mesmo limite já referido.

2.2.1.2. Cera de candelilla

Outra cera que poderá ser utilizada é a cera de candelilla (Figura 2.2.2(3)) o seu ponto de fusão encontra-se entre os 67 °C e os 79 °C. Esta é composta maioritariamente por hidrocarbonetos, ésteres de elevado peso molecular, ácidos livres e resinas. O seu elevado conteúdo de hidrocarbonetos é o que a distingue da cera de carnaúba (Aguille-Joya *et al*, 2016).

A cera de candelilla é maioritariamente utilizada na mistura com outras ceras de forma a endurece-las sem aumentar o seu ponto de fusão, podendo ainda ser utilizada como substituto da cera de abelha e carnaúba. É uma cera natural, dura, quebradiça e de fácil pulverização. A sua superfície consegue atingir elevados níveis de brilho, que é uma das suas propriedades mais valiosas nas suas aplicações: revestimento de chocolates e frutas, estabilizações de emulsões e nas formulações de batões, cremes de corpo, entre outros. Esta é reconhecida com uma substância GRAS para aplicação na indústria alimentar. Pode ser extraída até da imersão da cera de candelilla em soluções ácidas, sendo aquecida até ao ponto de ebulição, quando a cera flutua na solução sob a forma de espuma, que é recolhida e arrefecida à temperatura ambiente. Sofrendo posteriormente processos de filtração, decantação e branqueamento de forma a refiná-la e a obter determinadas características. Quimicamente esta cera é composta por ésteres de ácidos gordos com álcoois de elevado peso molecular (Aguille-Joya *et al*, 2016).

Este composto terá de ser apresentado no rótulo com o número de aditivo E902, de acordo com o regulamento europeu N°1129/2011. Faz referência às mesmas aplicações da cera de abelha com o mesmo limite associado.

2.2.1.3. Cera de carnaúba

Atualmente a cera de carnaúba (Figura 2.2.2(2)) pode ser encontrada em diversos géneros alimentícios tais como, revestimento de doces, chocolate, pastilhas elásticas. A cera de carnaúba tem um ponto de fusão entre os 82,5 °C aos 86 °C, o que adiciona mais uma desvantagem à utilização deste tipo de cera, pelo que o revestimento que contenha esta cera terá de ser aplicado a estas temperaturas. Esta cera é amarela, possui uma elevada capacidade de endurecimento e é extremamente difícil de saponificar (Aguille-Joya *et al*, 2016). Uma das grandes desvantagens desta cera é existir um limite para a sua quantidade de aplicação.

Este composto terá de ser apresentado no rótulo com o número de aditivo E902, de acordo com o regulamento europeu N°1129/2011. Na Tabela 2.2.3 encontram-se apresentadas as aplicações referenciadas no regulamento bem como os respetivos limites. Assim quando é utilizado esta cera é necessário ter em atenção estes valores.

Tabela 2.2.3. Aplicações e respetivo teor máximo permitido da cera de carnaúba

Aplicação	Teor máximo (mg.kg⁻¹ ou mg.L⁻¹, dependendo do caso)
Tratamento de superfícies de diversos frutos	200
Agente de revestimento de produtos de cacau e de chocolate	500
Agente de revestimento de outros produtos de confeitaria	500
Agente de revestimento em gomas de mascar	1200
Agente de revestimento em produtos de padaria fina	200
Agente de revestimento em aperitivos à base de batata, farinha ou amido	200
Agente de revestimento em frutas de casca rija transformadas	200
Agente de revestimento em suplementos alimentares	200

De uma forma geral, as ceras apresentadas são utilizadas como barreira à humidade, sendo já aplicadas em diversas frutas e vegetais. Quando são usadas camadas

muito espessas, estes revestimentos terão de ser removidos antes do consumo, como acontece no caso do queijo, no entanto, quando aplicadas camadas finas, são considerados comestíveis. A sua aplicação poderá diminuir ainda a transferência de gases, que poderão levar a condições indesejadas de anaerobiose (Dhall, 2012; Pavlath & W., 2009).

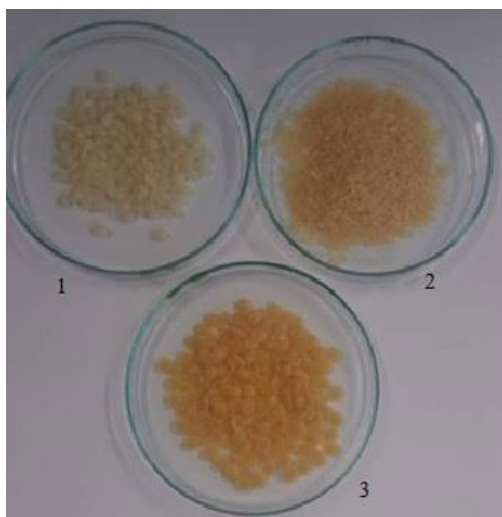


Figura 2.2.2. Imagem de cera de abelha (1), cera de carnaúba (2) e cera de candelilla (3).

A Figura 2.2.2. apresenta uma imagem das três ceras já referidas.

Porém, apresentam como desvantagens fragilidade no manuseamento e inaceitabilidade a nível organolético, provocando uma sensação de gordura na boca (Dhall, 2012; Pavlath & Orts, 2009).

2.2.2. Ácidos gordos e monoglicérideos

Os ácidos gordos e monoglicérideos são utilizados nos revestimentos essencialmente como emulsificantes e agentes dispersivos. Os ácidos gordos, de uma forma geral, são extraídos de óleos vegetais, tais como óleo de girassol ou azeite. Os monoglicérideos são obtidos por transesterificação do glicerol (Dhall 2012).

Por sua vez, os triglicérideos são ésteres de ácidos gordos com glicerol; apresentam uma maior polaridade do que as ceras, uma vez que algumas moléculas de cadeia curta são parcialmente solúveis em água. No entanto, conseguem-se espalhar na superfície do alimento formando uma monocamada. A maior parte dos triglicérideos provém de óleos vegetais, que possuem estatuto GRAS (Rhim e Shellhammer 2005).

As propriedades dos ácidos gordos e dos lípidos que derivam destes encontram-se muito dependentes do seu estado físico, comprimento da cadeia e grau de saturação. Ácidos gordos insaturados apresentam um ponto de fusão significativamente mais baixo

do que o apresentado pelos ácidos gordos saturados, com o mesmo comprimento da cadeia. O ponto de fusão, geralmente, aumenta com o aumento do comprimento da cadeia e com a diminuição do número de ligações duplas. A permeabilidade ao vapor de água é dependente do grau de saturação e do comprimento da cadeia dos mesmos (Rhim e Shellhammer 2005).

2.2.2.1. Óleo de coco

O óleo de coco é constituído por trigliceróis, ácidos gordos livres, glicerídeos parciais, fosfolípidos, esteróis, tocoferóis, entre outros, sendo que o seu maior constituinte são os trigliceróis (Rahman 2017).

Esta matéria-prima possui características únicas tais como sabor pouco notório, um odor agradável, elevada resistência à rancidez, uma digestão e absorção fácil e um intervalo estreito de temperatura de fusão (Rahman 2017).

O principal constituinte do óleo de coco é o ácido láurico, como é possível observar na Tabela 2.2.4 (Rahman 2017).

Tabela 2.2.4. Constituintes, e respetivo conteúdo (%), do óleo de coco (Rahman, 2017)

Componente	Conteúdo /%
Ácido láurico	43-52
Ácido mirístico	13-19
Ácido palmítico	7,7-10,5
Ácido cáprico	6 – 10
Ácido caprílico	5-9
Ácido esteárico	1-3
Ácido araquídico	0,05-0,45
Ácido caproico	0,01-0,24

À temperatura ambiente o seu conteúdo de sólidos é um pouco baixo para a produção de coberturas e revestimentos, daí a necessidade de usar outros lípidos. Esta lacuna pode ter como causa a cristalização fracional e a separação da estearina dos outros componentes mais moles (Rahman, 2017).

O comportamento da cristalização das gorduras edíveis é importante e encontra-se dependente, no óleo de coco, do comportamento dos ácidos gordos que o constituem. O

ácido oleico e ácido láurico são os mais eficientes a retardar a nucleação para formação de sólidos, enquanto que os fosfolípidos, um componente minoritário, aumentam o período de incubação para cristalização (Rahman, 2017).

Esta gordura tem ainda a vantagem de ter uma deterioração oxidativa bastante estável quando exposta a uma atmosfera com oxigénio, o que a faz diferir dos outros óleos vegetais que contêm um elevado conteúdo de ácidos gordos saturados. Os fosfolípidos são os estabilizadores para impedir esta deterioração (Rahman, 2017).

Ainda, o que diferencia este óleo é o seu elevado conteúdo de ácidos gordos de cadeia curta e de cadeia moderadamente longa (Rahman, 2017).

2.2.3. Resinas

De uma forma geral a palavra resina encontra-se associada à secreção hidrocarbónica. No entanto, a *International Union of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC) define resina como uma substância sólida ou com uma elevada viscosidade, geralmente contendo pre-polímeros com grupos reativos, de fontes vegetais, que dependendo da sua fonte podem ser classificadas como sintéticas ou naturais (IUPAC 1997).

As resinas foram utilizadas, inicialmente, para fornecer brilho. São um grupo de substâncias ácidas que, de uma forma geral, são segregadas por células de plantas. (Dhall 2012). São apreciadas pelas suas propriedades como material estrutural em embalamento alimentar, providenciando uma barreira para os gases, emulsificante, e propriedades de adesão em algumas aplicações (Aguille-Joya, A. *et al.*, 2016).

As que se encontram normalmente inseridas nos revestimentos edíveis são utilizadas, maioritariamente, para o revestimento de frutos cítricos. A resina de goma laca, é uma das passíveis resinas a ser utilizada, é uma secreção de um inseto denominado *Laccifer lacca* e é composta por uma mistura complexa de polímeros de ácido alifático, hidrofílico e alicíclico. Esta última é solúvel em álcoois e em soluções alcalinas. No entanto, esta é apenas permitida como um aditivo alimentar indireto uma vez que não é considerada com estatuto GRAS (Dhall 2012).

2.3. Sistemas multicomponentes

Os revestimentos tendo por base componentes lipídicos poderão ser melhorados recorrendo à utilização de sistemas de multicomponentes. Nestes sistemas, os

hidrocolóides, polissacarídeos, formam uma rede coesiva e contínua, e as substâncias hidrofóbicas, os lípidos, providenciam a barreira à humidade. Assim, os lípidos podem formar uma camada sobre a matriz hidrocoloidal previamente formada, revestimento bicamada, ou formam uma emulsão, na qual os lípidos se encontram dispersos uniformemente numa matriz (Gallo *et al*, 2000).

Um dos polímeros passíveis de ser utilizado é a etilcelulose. Este é um polissacarídeo natural que deriva da celulose. A sua produção consiste na substituição dos grupos hidroxilo finais por grupos etilo. A etilcelulose apresenta como principais propriedades a sua elevada flexibilidade, termoplaticidade, força mecânica considerável, capacidade de formar filmes, dureza, transparência, insolubilidade em água e insensibilidade a variações de pH. Estes são os motivos pelos quais é utilizado para esta aplicação (Davidovich-Pinhas *et al*, 2014).

Para além destas características a etilcelulose é um pó incolor e sem sabor, com uma textura granular e com um ponto de fusão num intervalo entre 240 °C e 255 °C. É ainda um composto não tóxico e não irritante (Murtaza 2012).

A sua compatibilidade com o material orgânico permite que seja utilizado como modificador de reologia. Adicionalmente, não tem sabor, é não calórica e tem um carácter fisicamente inerte que permite que seja usada na indústria farmacêutica e alimentar (Davidovich-Pinhas M. *et al*, 2014).

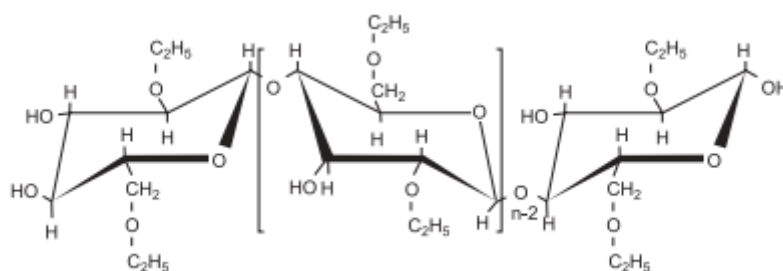


Figura 2.3.1. Fórmula estrutural da etilcelulose (Murtaza 2012).

2.4. Aplicação do revestimento

Os filmes edíveis que têm por base lípidos podem ser obtidos por diferentes técnicas que irão influenciar a estrutura do mesmo. Um fator importante a ter em consideração é a adesão do filme ao produto, um fenómeno físico que pode ser controlado quer pela sobreposição de superfícies rugosas, forças responsáveis pela molhabilidade devido a forças interfaciais entre os materiais nos quais pelo menos um é um líquido, ou

por forças eletrostáticas entre polímeros carregados, ou por ligações químicas (Morrilon, V. *et al*, 2002).

2.4.1. Métodos de aplicação

Os métodos de aplicação podem ser diversos desde a imersão à aplicação com pincéis e pulverização, de forma a depositar o revestimento diretamente na superfície do alimento, ou criar um filme independente ou termo-transformação para um revestimento subsequente. O processo de preparação e aplicação é determinante na viabilidade económica e bom funcionamento do revestimento. Os revestimentos devem ter uma boa adesão à superfície e devem ser aplicados de forma a obter uma superfície uniforme (Pavlath & Orts, 2009).

A termo-transformação raramente é utilizada para a criação de um revestimento, uma vez que a maior parte dos seus componentes não podem ser moldados a elevadas temperaturas sem causar mudanças irreversíveis no material (Pavlath & Orts, 2009).

O método de aplicação deverá produzir uma camada de revestimento homogénea, de modo a evitar o contacto entre os componentes secos e a matriz hidrofílica.

2.4.1.1. Imersão

Um dos métodos passível de ser utilizado é a imersão. Este método é utilizado para produtos alimentares que necessitam de várias aplicações de materiais envoltórios ou que necessitam de um revestimento uniforme numa superfície irregular. Neste, o produto é diretamente imerso na formulação do revestimento. Após este procedimento, o excesso do revestimento é removido do produto, e em seguida este é seco ou deixado em repouso para solidificar. Este método tem sido utilizado para aplicar filmes de monoglicerídeos acetilados em produtos cárneos, peixes e aves, e para aplicar revestimentos de ceras em frutas e vegetais. Este é um método que permite obter um revestimento uniforme e de elevada qualidade, porém requer um controlo preciso e um ambiente limpo. É adequado para a aplicação em pequenas quantidades ou para ensaios laboratoriais (Gant & Burns, 1994; Krochta *et al*, 1994).

2.4.1.2. Aspersão

Os revestimentos aplicados por aspersão podem originar um produto final uniforme e com uma espessura inferior do que aqueles aplicados por imersão. Será mais adequado para a aplicação industrial, sendo a mistura aspergida para um tambor. Esta estratégia de aplicação também pode ser utilizada para aplicar um fino revestimento secundário, como uma solução catiónica necessária para ligar revestimentos de alginatos ou pectina (Krochta *et al*, 1994).

Na maior parte dos casos, neste tipo de aplicação é utilizado, o bombo de gragea que apresenta uma trajetória giratória utilizado na cobertura de diversos alimentos, como frutos secos (100% chef, 2017).

2.4.1.3. Casting

Casting é um método de aplicação indicado para a formação de filmes independentes recorrendo à utilização de moldes, e foi inspirada em métodos utilizados para produção de filmes não edíveis. É um método simples que permite controlar a espessura do filme em superfícies lisas e suaves (Krochta *et al*, 1994).

2.4.1.4. Aplicação sob a forma de cortina

É uma estratégia baseada no método utilizado na cobertura de diversos produtos na indústria da confeitaria, no qual uma cortina de revestimento cai sobre o produto a revestir enquanto este se encontra num tapete em movimento (Bakon, USA Food Equipment).

O outro método é aplicação da suspensão ou emulsão recorrendo ao uso de pincéis adequados para o efeito (Pavlath & Orts, 2009).

2.4.2. Temperatura de aplicação

A temperatura de aplicação vai influenciar a coesão, secagem e qualidade do revestimento final. Desta forma, temperaturas de aplicação mais elevadas, aplicada em superfícies quentes, leva a uma maior coesão do produto final (Rhim e Shellhammer 2005).

A temperatura de aplicação estará dependente da temperatura de fusão da cera utilizada, pelo que não deverá ser inferior a esse valor. Uma temperatura de aplicação inadequada pode originar fraturas ou ainda resultar numa espessura não uniforme, tendo como consequência final o aumento da permeabilidade aos gases e ao vapor de água (Rhim e Shellhammer 2005).

2.5. Avaliação das propriedades do revestimento

Na maioria das situações, estas propriedades estão dependentes do material utilizado, dos constituintes adicionados, das condições de armazenamento, do tipo de aplicação, entre outros (Gallo *et al*, 2000).

A funcionalidade e o comportamento dos revestimentos edíveis dependem principalmente das propriedades mecânicas e de transporte, que por sua vez dependem da composição do filme, do seu processo de formação e do método de aplicação do produto (Pinheiro *et al*, 2010).

2.5.1. Propriedades físico-químicas

2.5.1.1. Espessura

A espessura poderá influenciar a cor, o sabor e a eficiência do revestimento. Se for demasiado fina, o alimento poderá não ficar coberto na totalidade, levando à sua deterioração devido ao contacto com a água; por outro lado, a redução da espessura tem um impacto menos evidente as propriedades organoléticas do produto. Em oposição, para obter uma boa barreira à humidade, se se aumentar a espessura de forma excessiva poderá haver alteração das propriedades organoléticas, levando a uma má aceitação do consumidor (Ayranci e Tunc 2004).

Este parâmetro é difícil de medir com exatidão uma vez aplicado no produto alimentar, mas poderá ser definido de acordo com as propriedades da solução do revestimento como a viscosidade, densidade, tempo de drenagem e a concentração de sólidos da solução original (Vargas *et al*, 2008).

A espessura claramente afeta as propriedades de barreira dos revestimentos. De acordo com a seguinte equação, a taxa de transferência de vapor de água (WVTR) corresponde à quantidade de vapor de água (Δm) transferido pela área do filme (A), durante um determinado período de tempo (Δt), na qual a WVTR é normalizada pela espessura e pelo gradiente de pressão de vapor parcial (Δp), x representa a espessura do revestimento (Vargas *et al*, 2008).

$$WVTR = \frac{\Delta m}{A \cdot \Delta t} (g \cdot m^{-2} \cdot s^{-1}) \text{ e } P = WVTR \cdot \frac{x}{\Delta p} (g \cdot m^{-2} \cdot s^{-1} \cdot Pa^{-1}) \quad \text{Eq. 1}$$

2.5.1.2. Propriedades mecânicas

A textura é a manifestação sensorial e funcional das propriedades mecânicas, estruturais e de superfície dos alimentos detetada através dos sentidos da audição, visão, toque e cinestésicos. Esta por sua vez depende das propriedades físicas e físico-químicas do produto e nos sentidos únicos e complexos do ser humano. Também é conhecida como um atributo importante no que diz respeito à qualidade do produto final, afetando a percepção do consumidor (Boyd e Sherman 1975).

É importante para a indústria estabelecer uma relação entre a percepção de textura e a estrutura do alimento. Desta forma, para obter uma relação entre estas é essencial entender a reologia e a mecânica da deformação do alimento. Os parâmetros mais utilizados são a dureza, coesividade, flexibilidade e friabilidade (Boyd e Sherman 1975).

A dureza é uma característica textural dos alimentos avaliada durante a “primeira dentada” do ciclo mastigatório. Neste momento, uma força é aplicada no alimento de uma forma aproximadamente linear que pode ser reproduzida, de forma satisfatória por equipamento denominado texturómetro (Boyd e Sherman 1975).

Dentro das propriedades mecânicas destacam-se a resistência à tração (TS), a alongação (EB) e módulo de *Young* (Y). A resistência à tração é a pressão necessária para quebrar uma amostra, geralmente medida em Pascal (Pa). A resistência à alongação consiste na tensão presente numa amostra quando esta se quebra, vem geralmente em percentagem. O módulo de *Young* também denominado por módulo elástico, é uma medida de rigidez de um material sólido. Em unidades SI este último parâmetro é representado pelas unidades de pressão, Pascal (Pinheiro *et al*, 2010).

A transição vítrea é a transição reversível de materiais amorfos, entre um estado duro e relativamente rígido e um estado mole e viscoso, como um líquido de ultra-alta viscosidade. A temperatura de transição vítrea (T_g) é um valor representativo de aproximadamente metade do intervalo de transição vítrea, e é sempre menor que a temperatura de fusão, (T_f) o material no estado cristalino, se esse existir. A temperatura de fusão é a temperatura à qual as cadeias de polímero deixam as suas estruturas cristalinas e se tornam um líquido desordenado. Este fenómeno ocorre apenas nas partes cristalinas das estruturas poliméricas (Angell *et al*, 2000; ISO11357-2, 1999).

Os revestimentos edíveis apresentam, de um modo geral, baixos valores de resistência mecânica à tração, mas o valor de alongação pode variar de acordo com o material utilizado.

2.5.1.3. Capacidade de absorção em água (*swelling*)

O *swelling* consiste na absorção de água de um determinado produto durante um determinado período de tempo. A absorção de água é o que leva à perda e degradação das propriedades dos cereais, daí a necessidade de recorrer à utilização deste revestimento (Pimentel 2015).

A transferência de água entre dois alimentos, neste caso os cereais e a matriz hidrofílica, deve-se ao desequilíbrio de gradiente das pressões de vapor entre os mesmos. Assim, quanto maior o gradiente, maior a taxa de transferência de água (Pimentel 2015).

2.5.1.4. Humidade

A humidade é a quantidade total de água contida num alimento e é geralmente expressa relativamente ao peso total da amostra, em percentagem. No entanto, o valor fornecido pelo teor de água num alimento não fornece informação sobre a natureza e estado da água nele presente, se se encontra livre, ligada, inerte ou ocluída (Mathlouthi, 2001).

2.5.1.5. Atividade da água

A atividade da água é uma propriedade termodinâmica e descreve a razão entre a pressão do vapor de água do alimento (p) e a pressão de vapor da água pura à mesma temperatura (p_0), e encontra-se representada a equação seguinte (Labuza 1980).

$$a_w = \frac{p}{p_0} \quad \text{Eq.2}$$

Este parâmetro tornou-se importante no controlo da qualidade e preservação dos alimentos. Deste modo é o parâmetro que diz respeito a água existente num alimento no estado livre e disponível para formar ligações. Assim sendo, uma baixa atividade da água diminui a velocidade das reações químicas e biológicas no interior do alimento, diminuindo conseqüentemente a sua velocidade de degradação. É possível atingir um valor tal, no qual praticamente todas as reações se encontram inibidas exceto a reação química de oxidação dos lípidos, que é fortemente favorecida por esta diminuição (Rockland & Stewart, 2013). A velocidade relativa das reações e do crescimento de microrganismos em função dos valores da atividade da água encontra-se na Figura 2.5.1.

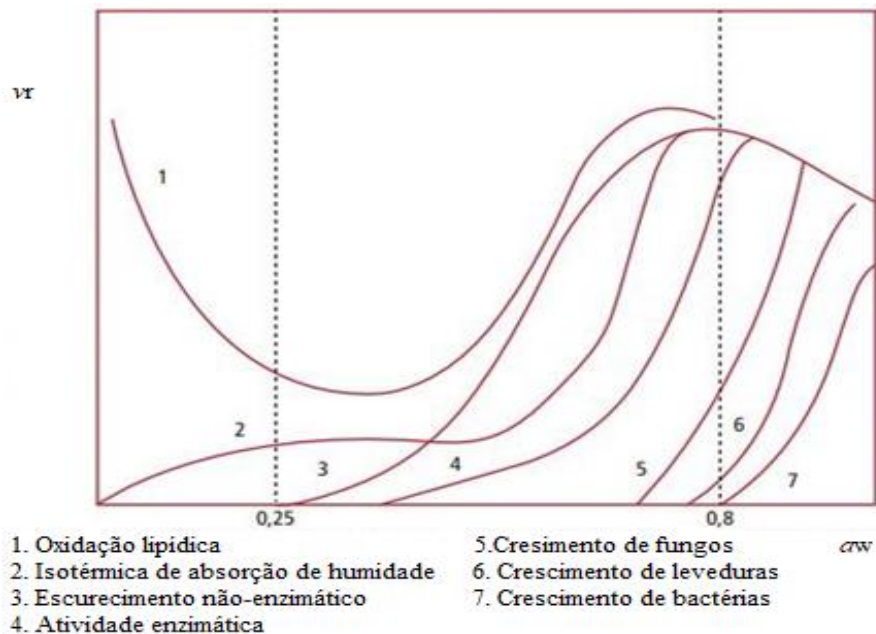


Figura 2.5.1. Atividade da água (a_w) e a velocidade relativa das reações (v_r) a ela associada (Filho 2013).

2.5.2. Propriedades microbiológicas

A União Europeia estabeleceu critérios microbiológicos para alimentos específicos, contemplados no Regulamento Europeu n.º 2073/2005, aplicáveis ao longo de toda a cadeia alimentar. Deste modo, os géneros alimentícios não devem conter microrganismos, as suas toxinas e metabolitos em quantidade que represente um risco inaceitável para a saúde humana, uma vez que os perigos que os géneros alimentícios apresentam a nível microbiológico correspondem a uma importante fonte de doenças de origem alimentar para o ser humano (Europa 2005).

Consequentemente surge a necessidade de estabelecer o período de vida útil dos produtos alimentares, que é definido pelo *Codex Alimentarius* como “o período durante o qual um género alimentício mantém a segurança microbiológica, a uma temperatura armazenada especificada”. Este conceito é baseado nos perigos identificados para o produto, nos tratamentos de preservação, nos métodos de embalagem e noutros fatores inibitórios que podem ser utilizados durante as diversas etapas da cadeia alimentar (Comission 1999).

Um dos métodos de análise microbiológicas é a contagem de placas, que pode ser utilizado para contagem de grandes grupos microbianos, variando-se o meio de cultura, a temperatura e o tempo de incubação (Hajdenwurcel 1998).

Os limites microbiológicos para os géneros alimentícios são estabelecidos no regulamento já referido. Neste caso, há duas possibilidades a serem consideradas. No caso de se considerar como pão, bolachas e produtos similares afirma-se que, em circunstâncias normais, não se justifica fazer testes regularmente. Porém se se considerar inserido na categoria de leite e seus derivados, uma vez que será um produto a ser introduzido no iogurte os valores limites são, para a *Salmonella*, ausência em 25 g e para as *Enterobacteriaceae* menor do que 1 UFC/mL.

2.6. Aumento de escala

O processo de aumento de escala, ou também denominado por *scale-up*, é o ato de gerar conhecimento ao transferir ideias para uma implementação bem-sucedida. Este tem como principal objetivo diminuir os riscos necessário para o sucesso do procedimento ou da operação (Harmesen, 2013).

Estas operações referidas já existem à escala industrial, como por exemplo a marca *Nestlé* já recorre ao uso do tambor giratório para aplicar uma superfície brilhante sobre os cereais *Nesquick*.

Desta forma, este processo necessita de um sistema, isto é, unidades de operações interligadas, que convertem a matéria-prima, neste caso os cereais e o revestimento, no produto final, os cereais revestidos (Harmesen, 2013).

Do mesmo modo é preciso ter em atenção que, de uma forma geral, o processo de revestimento é sempre finalizado com um processo estabilizante, secagem, quer seja esta realizada por arrefecimento ou por aquecimento. Neste caso em particular será de arrefecimento (Harmesen, 2013).

Assim, o sistema de revestimento consiste essencialmente em transferência de massa, entre o revestimento e a superfície do produto a revestir, e transferência de energia. A energia divide-se em energia mecânica e energia térmica. A energia mecânica é necessária para promover o movimento do equipamento e do produto no seu interior, bem como na promoção da aplicação. A energia térmica deve-se à diferença de temperatura existente entre o revestimento e a superfície do produto (Denoyell 2008).

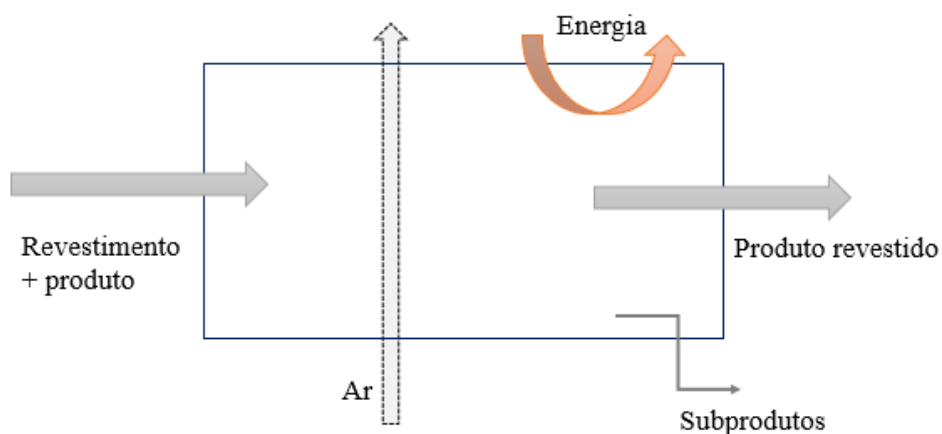


Figura 2.6.1. Esquema de um processo de revestimento.

Existem diversos fatores a ter em conta, que se encontram apresentados na tabela seguinte.

Tabela 2.6.1. Fatores que afetam o processo de revestimento

Produto	Produto final	Revestimento	Ar	Equipamento	Processo
Composição; Forma, tamanho; Superfície; Temperatura; Higroscopicidade	Espessura final.	Composição; Viscosidade; Temperatura; Ponto de fusão; Tensão superficial; Perfil de estabilização.	Fluxo; Temperatura; Humidade.	Geometria; Movimento; Temperatura; Fluxo do ar; Superfície.	Contínuo, <i>batch</i> ; Tempo.

Este sistema de revestimento deverá ter sistemas auxiliares, como o sistema de produção e preparação do revestimento, bem como o sistema responsável pela sua esterilização. Assim o fluxograma deste processo é apresentado na Figura 2.6.2 para um revestimento por aspersão num tambor giratório, no qual se considera que existe um fluxo de ar arrefecido no interior do tambor que irá permitir a secagem do revestimento.

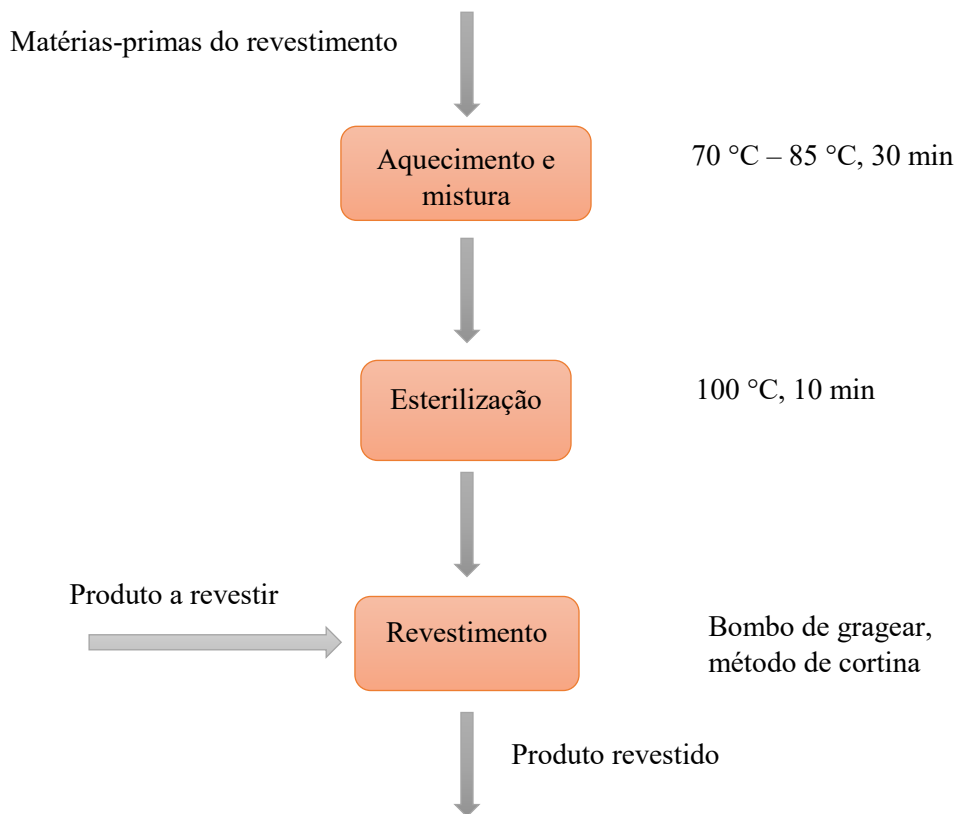


Figura 2.6.2. Fluxograma do processo de revestimento.

Para realizar o aumento de escala deverão ser testados diferentes tamanhos existentes no mercado, tendo em atenção que é necessário manter a qualidade, o tamanho e a densidade do produto final em cada fase do aumento de escala. Diversas empresas já oferecem este tipo de equipamento pronto, quer à escala piloto quer à escala industrial como a Baker Perkins®.

As principais variáveis operacionais deste método de aplicação são o fluxo e a temperatura do ar, a temperatura no interior do tambor, a humidade, a taxa de aspensão e a carga de sólido em cada operação (Turton e Cheng 2005).

Os parâmetros do equipamento a ter em atenção são comprimento, o diâmetro e a altura do tambor, bem como a sua velocidade de rotação. Assumindo que a razão entre o diâmetro e comprimento é a mesma entre dois equipamentos, isto é, quando se aplica uma geometro similar (Turton e Cheng 2005).

O método de aplicação em cortina, também conhecido como *enrobe*, necessita apenas de um recipiente que mantenha o revestimento à temperatura desejada, e que depois possibilite a sua deposição sobre os cereais, que passam por debaixo do recipiente através de um tapete. É de referir que na maioria dos casos este tapete é acompanhado por um sistema vibratório que remove o excesso de revestimento (Hofberger e Tanabe

2007). Para o método de aplicação de cortina o fluxograma será semelhante ao apresentado na Figura 2.6.2, diferindo apenas no método de secagem, no qual terá de existir um túnel para esta operação.

De seguida é necessário existir um túnel de arrefecimento que poderá ser convencional, no qual o ar arrefecido possui um fluxo paralelo ao produto; multizonal, onde o ar tem um fluxo transversal ao produto e um túnel radial (Bean e Perkin 2009).

Neste método de aplicação os parâmetros essenciais a ter em conta é a temperatura do revestimento, o fluxo de revestimento que é depositado sobre os cereais, a temperatura e humidade do túnel de revestimento.

3. Materiais e métodos

Para o estudo dos diferentes métodos de aplicação, bem como para a determinação das propriedades microbiológicas e físico-químicas, foram utilizados diversos tipos de cereais e bolachas, que se encontram apresentados na Tabela 3.1.

Tabela 3.1. Componentes secos nos quais foram aplicados os revestimentos

Componente	Nome	Marca
1	Bolas com chocolate	Continente
2	<i>Cereais Nesquick</i>	<i>Nestlé</i>
3	<i>Cookie crisp</i>	<i>Nestlé</i>
4	<i>Cookie drops butter</i>	<i>Coppenrath</i>
5	<i>Bolachas Volkornkeks</i>	<i>Coppenrath</i>
6	<i>Corn flakes</i>	Continente
7	<i>Bolachas Circus mel</i>	Vieira de Castro

Os materiais utilizados para a formulação do revestimento foram o óleo de coco da Frulact, a cera de abelha e a cera de carnaúba das ceras *Martí* e a etilcelulose da *Acros Organic*.



Figura 3.1. Imagens dos cereais apresentados na Tabela 3.1.1.

3.1. Formulações

Mediante os testes preliminares realizados anteriormente (dados não apresentados) foram selecionadas as seguintes matérias-primas, óleo de coco, cera de abelha, cera de carnaúba e etilcelulose p-22, foram realizadas as formulações apresentadas na Tabela 3.1.1, sob a forma de percentagem.

Tabela 3.1.1. Composição mássica, % (m/m), de óleo de coco, *OC*, cera de abelha, *CA*, cera de carnaúba, *CC*, e etilcelulose, *EC*, para as diferentes formulações

Formulação	<i>OC</i> /% (m/m)	<i>CA</i> /% (m/m)	<i>CC</i> /% (m/m)	<i>EC</i> /% (m/m)
1	76,9	23,1	-	-
2	83,3	-	16,7	-
3	80	16	-	4

Para preparar a formulação 1, foi necessário primeiramente aquecer o óleo de coco até uma temperatura de cerca de 70 °C, num banho de água, de seguida adicionar a cera de abelha e manter a mistura a esta temperatura durante 30 minutos, de forma a que haja a dissolução total.

Para formulação 2, foi necessário aquecer o óleo de coco até uma temperatura de cerca de 85 °C, adicionar a cera de carnaúba e manter a esta temperatura durante 30 minutos.

Na formulação 3 foi ser necessário aquecer o óleo de coco até aos 70 °C e após a adição da cera manter a mistura a esta temperatura durante a 30 minutos. Por fim, de forma dissolver a etilcelulose é necessário aquecer a mistura em banho de óleo, até aos 150 °C, mantendo-a esta temperatura durante 30 minutos.

3.2. Estratégias de aplicação

De forma a determinar uma estratégia de aplicação adequada que permita obter uma camada uniforme e com uma espessura aceitável foram testadas duas formas de aplicação, a aplicação sob a forma de cortina e a aplicação com o bombo de gragear.

3.2.1. Aplicação sob a forma de cortina

Esta estratégia de aplicação é baseada na estratégia utilizada para a cobertura de bombons e bolachas de chocolate, como por exemplo as bolachas belgas da marca Saborosa. E consiste na formação de uma cortina de revestimento que cai sob os cereais enquanto estes se encontram num tapete em movimento (Vevey, Suíça Patente N° US6251456 B1, 1999; Bakon, USA Food Equipment)

Para simular este procedimento à escala laboratorial foi utilizado um gobelé com diferentes tipos de aberturas de forma a observar qual a que melhor simulava a cortina formada por um equipamento industrial. Em volta deste foi colocada uma camisa de aquecimento, utilizando a água como fluido de aquecimento. Na Figura 3.2.1 é ainda

possível observar ainda uma linha preta, que simboliza a rede na qual os cereais eram inseridos de forma a simular os tapetes existentes nos equipamentos industriais.

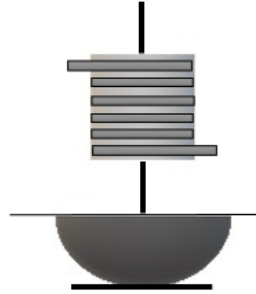


Figura 3.2.1. Imagem ilustrativa do equipamento utilizado na aplicação do método de cortina.

A Figura 3.2.2 apresenta o desenho representativo das diferentes geometrias dos gobelés utilizadas, sendo que é uma visão da superfície superior. A peça plástica utilizada nas imagens (3) e (4) da figura seguinte foi aplicada de forma a melhorar a dispersão do fluído obrigando-o a seguir um determinado fluxo.

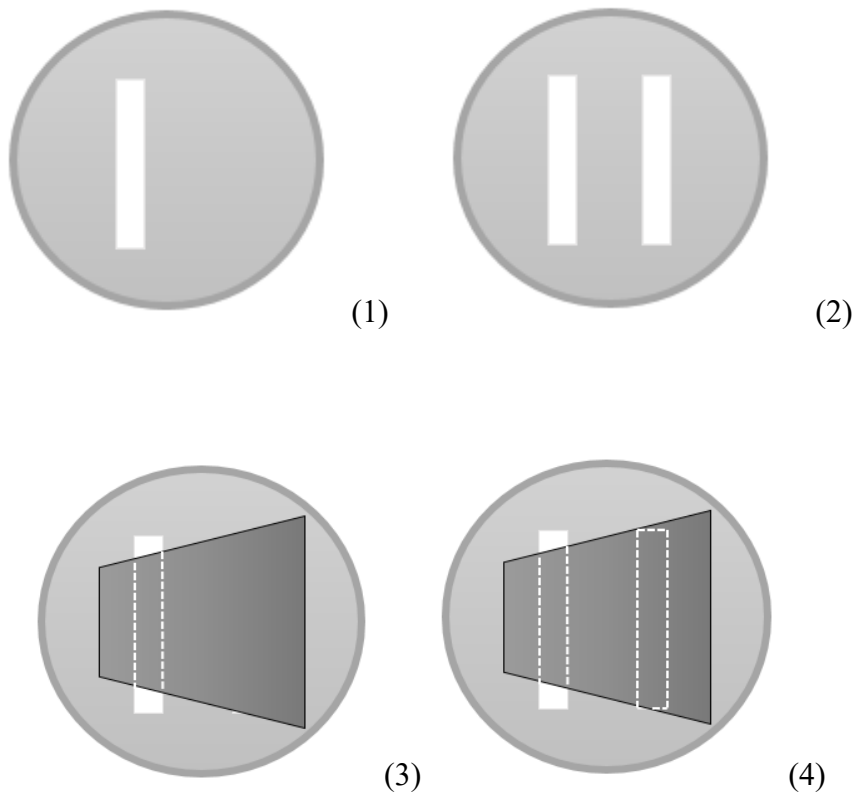


Figura 3.2.2. Diferentes geometrias usadas na aplicação do método de cortina, 1 abertura (1), 2 aberturas (2), 1 abertura utilizando uma peça plástica (3) e 2 aberturas com utilização de uma peça plástica (4).

As temperaturas testadas encontram-se num intervalo entre 62 °C e os 70 °C, sendo que foram variados o tipo e o número de aberturas existente em cada gobelé, a partir das quais iria sair o revestimento que reveste os cereais. Deste modo foram realizados 7 ensaios com as diversas variações que são apresentados na Tabela 3.2.1.

Tabela 3.2.1. Ensaios e diferentes condições, geometria e Temperatura do revestimento (T_r), associados

Ensaio	Geometria	T_r /°C
1	2	70
2	1	65
3	1	62
4	1	62
5	3	62
6	3	62
7	4	62

3.2.2. Aplicação com o bombo de gragear

Esta estratégia de aplicação consiste na utilização de um bombo de gragear *Confi-kit*[®] da 100% *Chef* de forma a simular uma trajetória giratória utilizada na cobertura de diversos frutos secos e produtos de confeitaria.

É uma versão mais pequena mas similar aos equipamentos utilizados a nível industrial para o mesmo propósito. Para aumentar a eficiência do processo de revestimento dos produtos utiliza-se uma placa de metal de forma a criar um ângulo de 30°. A Figura 3.2.3 apresenta dois tamanhos do tambor, no qual na segunda opção o volume do tambor é diminuído pela introdução de um recipiente no interior do tambor (100% chef, 2017).



(1)



(2)

Figura 3.2.3. Imagem ilustrativa do bombo de granjeir tamanho 1 (1) e tamanho 2 (2).

3.2.2.1. Testes preliminares com o tambor

Na Tabela 3.2.2 encontram-se os diferentes ensaios com os diferentes parâmetros avaliados de forma a determinar quais os melhores parâmetros a utilizar neste tipo de aplicação.

Tabela 3.2.2. Ensaios preliminares com respetivas condições de operação, presença de pistola de ar comprimido ($P_{\text{ar comprimido}}$), a pressão da pistola de ar comprimido (p), a temperatura de revestimento (T_r), geometria e controlo de temperatura (T)

Ensaio	$P_{\text{ar comprimido}}$	p /Pa	T_r /°C	Geometria	Controlo de T
1	Sim	$2,0 \times 10^5$	67	1	-
2	Não	-	70	1	Pistola de ar quente
3	Sim	$3,0 \times 10^5$	70	1	Pistola de ar quente
4	Não	-	70	1	Pistola de ar quente
5	Sim	$2,0 \times 10^5$	68	1	Pistola de ar quente
6	Não	-	80	1	Pistola de ar quente
7	Sim	$1,0 \times 10^5$	70	2	-
8	Sim	$1,0 \times 10^5$	80	2	-
9	Sim	$1,0 \times 10^5$	73	2	Gelo

Devido à agregação de cereais durante o processo de aplicação, no Ensaio 1 testou-se a adição de uma solução de lecitina e óleo de soja. De seguida, nos testes realizados optou-se pela aplicação de calor no interior do equipamento recorrendo à utilização de uma pistola de ar quente, com temperatura de aproximadamente 65 °C, tendo como intuito evitar a agregação e melhorar o processo de revestimento dos cereais.

No Ensaio 4 foi utilizado de farinha de aveia integral, sob a forma de pó, que foi aplicada com o mesmo propósito da aplicação da lecitina de soja.

Por fim, foram realizados testes com o mesmo propósito, de evitar a agregação dos cereais, mas através do arrefecimento do tambor de forma a que quando o revestimento entrasse em contacto com os cereais, a sua secagem ocorresse rapidamente. Para tal, este arrefecimento foi realizado através da colocação de gelo no interior do tambor (100% chef, 2017).

A diminuição do volume do tambor deveu-se à necessidade de maximizar o contacto entre o revestimento aspergido e os cereais usados reduzindo as perdas de revestimento pela utilização de um volume inferior. Esta diminuição foi realizada com a introdução de um gobelé no interior do bombo de granjear como é possível observar na figura seguinte.

É de referir que, no Ensaio 9, após término da aplicação de revestimento foram retirados oito cereais (bolas de chocolate) para realizar o teste do *swelling*, as quais foram

colocadas com água destilada. Após 3 dias, as esferas resultantes foram pesadas individualmente e colocadas em tubos *Falcon* com água destilada.

3.2.2.2. Testes no tambor

Os ensaios foram realizados obedecendo a aplicação de 3 segundos do revestimento sob a forma de *spray*, seguidos de cerca de 20 segundos de espera. Ainda, foi utilizado gelo para arrefecer o tambor. Quando, durante a operação, se verificava a agregação de cereais, foi necessário para a operação, coloca os cereais a 4 °C durante, aproximadamente, 10 minutos. A pressão da pistola de ar comprimido aplicada foi cerca de $1,0 \times 10^5$ Pa.

Formulação 1 – Óleo de coco e cera de abelha

Para esta formulação, como já foi referido foram realizados ensaios com bolas de chocolate da marca *Continente* e *Cookies crisp* da marca *Nestlé*.

As diferentes condições dos ensaios encontram-se apresentadas na Tabela 3.2.3, sendo que, o que variou foi o número de aplicações de *spray*, a temperatura de aplicação do revestimento e a percentagem de cera de abelha.

Tabela 3.2.3. Ensaio com as diferentes condições de operação, número de aplicações (N_a), temperatura do copo (T_c), a percentagem de cera de abelha (CA), a massa de cereais (m_c), a velocidade de rotação (ν) e a existência de arrefecimento para as bolhas de chocolate da marca *Continente*

Ensaio	N_a	$T_c/^\circ\text{C}$	$CA/\%$	m_c/g	ν	Arrefecimento
1	48	73	23,1	25	2	Sim
2	70	73	23,1	25	2	Sim
3	83	73	23,1	25	2	Sim
4	48	68	23,1	90	4	Não
5	48	73	23,1	90	4	Não
6	48	73	16,7	90	4	Não

Tabela 3.2.4. Ensaios com as diferentes condições de operação, número de aplicações (N_a), temperatura do copo (T_c), a percentagem de cera de abelha (CA), a massa de cereais (m_c), a velocidade de rotação (v) e a existência de arrefecimento para as *Cookies crisp* da marca *Nestlé*

Ensaio	N_a	$T_c/^\circ\text{C}$	$CA /\%$	m_c /g	v	Arrefecimento
1	60	73	23,1	25	2	Sim
2	67	73	23,1	90	4	Não
3	80	73	23,1	25	2	Sim

Adicionalmente foi realizado um teste no qual foi aplicado, previamente à formulação 1 em cada cereal bola de chocolate *Nesquick*, uma solução de etanol e etilcelulose 2,5 % (m/v). Cada cereal permaneceu na solução durante, cerca, de 3 minutos, e seguiu-se uma secagem a 100 °C, durante 10 minutos. Este procedimento repetiu-se duas vezes, de forma a que os cereais fiquem com duas camadas desta solução. A solução de etilcelulose e etanol foi aplicada com vista de eliminar a porosidade existente nos cereais, mesmo aquando a aplicação de um revestimento. Após esta operação, ocorreu a aplicação da formulação 1, no tambor.

Tabela 3.2.5. Ensaio com as diferentes condições de operação, número de aplicações (N_a), temperatura do copo (T_c), a percentagem de cera de abelha (CA), a massa de cereais (m_c), a velocidade de rotação (v) e a existência de arrefecimento para as bolhas de chocolate marca *Continente*

Ensaio	N_a	$T_c/^\circ\text{C}$	$CA /\%$	m_c /g	v	Arrefecimento
1	44	73	23,1	25	2	Não

Formulação 2 – Óleo de coco e cera de carnaúba

Nesta formulação foram apenas testadas as bolas de chocolate marca *Continente*, sendo que as condições de operação encontram-se na Tabela 3.2.6.

Tabela 3.2.6. Ensaios com as diferentes condições de operação, número de aplicações (N_a), temperatura do copo (T_c), a percentagem de cera de abelha (CA), a massa de cereais (m_c), a velocidade de rotação (v) e a existência de arrefecimento paras as bolhas de chocolate marca Continente

Ensaio	N_a	$T_c/^\circ\text{C}$	$CA /\%$	m_c /g	v	Arrefecimento
1	60	84	23,1	25	2	Não
2	69	84	23,1	25	2	Não

Formulação 3 – Óleo de coco, cera de abelha e etilcelulose

Para o teste desta formulação, também, foram apenas testadas as bolas de chocolate, marca Continente, Tabela 3.2.7.

Tabela 3.2.7. Ensaio com as diferentes condições de operação, número de aplicações (N_a), temperatura do copo (T_c), a percentagem de cera de abelha (CA), a massa de cereais (m_c), a velocidade de rotação (v) e a existência de arrefecimento paras as bolhas de chocolate marca Continente

Ensaio	N_a	$T_c/^\circ\text{C}$	$CA /\%$	m_c /g	v	Arrefecimento
1	71	84	23,1	25	2	Não

3.3. Propriedades físico-químicas do revestimento

3.3.1. Espessura do revestimento

De forma a obter a espessura do revestimento foi medida a espessura de uma amostra de 30 cereais sem revestimento e 30 cereais após a aplicação do mesmo, calculando as médias e o desvio padrão. Nas bolas de chocolate foram medidos 5 pontos diferentes da esfera e nas *Cookies crisp* foram medidos 5 pontos na superfície inferior e superior e 3 pontos na superfície lateral. Esta medição foi realizada com recurso a um micrómetro da marca *Mitutoyo*® 25 mm. A maneira como foi realizada esta medição encontra-se apresentada na Figura 3.3.1.

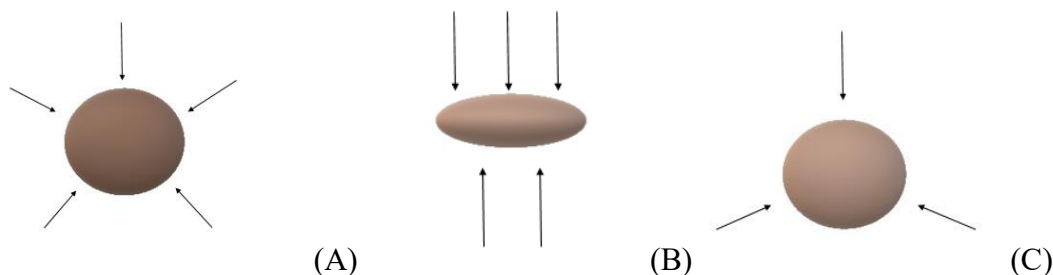


Figura 3.3.1. Medições de espessura de uma bola de chocolate (A), da *Cookie crisp*, da superfície inferior e superior (B) e lateral (C).

3.3.2. Massa de revestimento utilizada

De forma a obter a massa de revestimento efetivamente utilizada foi medida a massa individual de uma amostra de 30 cereais sem revestimento e 30 cereais após a aplicação do mesmo, calculando as médias e o desvio padrão. Esta medição foi realizada com a uma balança analítica (*Kern* ABJ-NM/ABS-N).

3.3.3. Humidade

A determinação do teor de humidade do revestimento foi determinada por secagem de uma toma de amostra (5 g), em estufa a 105 °C durante a noite, as pesagens são realizadas até que haja uma estabilização da massa. O teor de humidade é então calculado pela equação seguinte.

$$\%humidade = \frac{m_{inicial} - m_{final}}{m_{inicial}} \times 100$$

Equação 3.3.1. Equação do cálculo da percentagem de humidade.

3.3.4. *Swelling*

A capacidade do revestimento para reduzir ou impedir a transferência de água para o interior dos cereais foi avaliada determinada recorrendo ao método de *swelling*, isto é, observar a absorção de água. Este método consistiu na introdução de cereais revestidos em 20 mL de água destilada, verificando-se a evolução da sua massa ao longo do tempo. Esta pode ser calculada pela seguinte equação.

$$\%swelling = \frac{m_{inicial} - m_{final}}{m_{inicial}} \times 100$$

Equação 3.3.2. Equação do cálculo da percentagem de *swelling*.

3.3.5. Atividade da água (a_w)

Foi realizada a atividade da água a três amostras da Formulação 1, sendo que se preparou 5 mL de cada amostra de acordo com o procedimento já explicado. O revestimento é colocado em recipientes apropriados e é deixado arrefecer até à temperatura ambiente dentro do exsiccador, durante cerca de 30 minutos. A atividade da água foi quantificada por um medidor da atividade da água *Aqualab*[®] 4TE ao fim de 24 h de análise (Decagon Devices 2017).

3.3.6. Análise de textura

Para análise de textura, foram selecionadas 20 amostras de cada uma das diferentes condições de ensaio, 10 das quais foram colocadas em 20 mL de água durante diferentes períodos de tempo. Foram ainda analisados cereais não revestidos secos, cereais revestidos secos de cada ensaio e cereais não revestidos colocados em água por diferentes períodos de tempo.

Para a realização dos testes recorreu-se a um texturómetro *Stable Micro Systems*, com a utilização do *software Exponent*. Para a compressão dos cereais foi utilizada uma sonda com 2,5 mm de diâmetro cilíndrica de alumínio, e com a indicação para comprimir 65 % do cereal.

3.4. Análises microbiológicas do revestimento

Inicialmente, começou-se por analisar as matérias-primas, óleo de coco e cera de abelha, separadamente.

Para analisar as propriedades microbiológica do revestimento completo foi necessário realizar uma esterilização com base nos resultados obtidos da atividade da água. Assim sendo, a mistura foi aquecida a 110 °C durante 10 minutos. Após isto a mistura foi arrefecida para os 70 °C, temperatura à qual foram retiradas 4 amostras, uma para analisar no imediato e as restantes para serem analisadas em intervalos de um mês. Uma última amostra foi retirada após 30 minutos a 70 °C, de forma a simular o período de tempo de aplicação para verificar se há algum risco microbiológico durante a mesma.

O método utilizado foi a contagem de placas. Este método consiste na homogeneização dos alimentos, na sua posterior diluição e plaqueamento com ou sobre um meio apropriado, sendo por fim incubados nas condições previamente estabelecidas. Após o tempo de incubação as colónias visíveis são contadas, baseando-se na premissa de que cada célula microbiana presente irá formar uma colónia separada e visível,

aquando o meio lhe permita crescer. A contagem é apresentada em unidades formadoras de colónias (UFC) por mililitros ou por grama. Numa fase inicial para a preparação das amostras é comum a todas as análises. Assim é necessário colocar a amostra durante 90 segundos no *Stomacher*, e de seguida misturar 10 g de amostra com 90 g de água peptonada tamponada (BPW).

3.4.1. Carga mesofílica

Após a realização da primeira parte, realizam-se sucessivas diluições em BPW na proporção 9:1. De seguida transfere-se 1 mL, de cada suspensão, para placas de *Petri* estéreis. Verte-se sobre a placa de contagem o meio de agar (PCA) e a incubação ocorre durante $72 \text{ h} \pm 3 \text{ h}$ a $30 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$.

3.4.2. Bolores e leveduras

Após a realização da primeira parte, realizam-se sucessivas diluições em BPW na proporção 9:1. De seguida transfere-se 0,1 mL, de cada suspensão, para uma placa de *Petri* estéril com cloranfenicol de diclorano rosa-bengala (DRBC). Espalhar a suspensão numa placa de *Petri* e incubar durante 5 dias a $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$.

3.4.3. Organismos formadores de esporos

Após a realização da fase inicial, transfere-se 40 mL para um tubo estéril e aquece-se a $80 \text{ }^\circ\text{C}$ durante 10 minutos. Arrefecer, em água fria, até à temperatura ambiente. De seguida transferir 1 mL, de cada suspensão para uma placa de *Petri* estéril.

3.4.3.1. Mesófilos formadores de esporos

Colocar a suspensão anterior num meio *Plate Count Agar* (PCA) e incubar durante $72 \text{ h} \pm 3 \text{ h}$ a $30 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$.

3.4.3.2. Termófilos formadores de esporos

Colocar a suspensão anterior num meio PCA, e incubar durante $48 \text{ h} \pm 3 \text{ h}$ a $55 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$.

3.4.3.3. Mesófilos formadores de esporos anaeróbios

Colocar a suspensão anterior num meio para *clostridia* reforçado (RCM) e incubar durante $72 \text{ h} \pm 3 \text{ h}$ a $30 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$, num ambiente anaeróbio.

3.4.3.4. Termófilos formadores de esporos anaeróbios

Colocar a suspensão anterior num meio para *clostridia* reforçado (RCM) e incubar durante $48 \text{ h} \pm 3 \text{ h}$ a $55 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$, num ambiente anaeróbio.

4. Resultados e discussão

4.1. Aplicação com cortina

Após a realização dos diversos ensaios, este método de aplicação provou ser mais adequado para bolachas e cereais com uma geometria menos esférica. Verificou-se ainda que quando o revestimento se encontra a temperaturas mais elevadas, como 65 °C e 70 °C, apresenta um comportamento bastante líquido pelo que não reveste os cereais de uma maneira uniforme. Desta forma, obtiveram-se os melhores resultados de aplicação quando o revestimento se encontrava a uma temperatura de 62 °C, sendo considerada esta a mais adequada para este método de aplicação dentro da gama de temperaturas estudadas.

Um problema verificado durante os ensaios é a necessidade de uma elevada quantidade de material de revestimento, de forma a obter um caudal constante e uniforme, ao qual se adiciona também o problema da componente elástica da mistura, que poderá ser melhorada através da alteração da formulação.

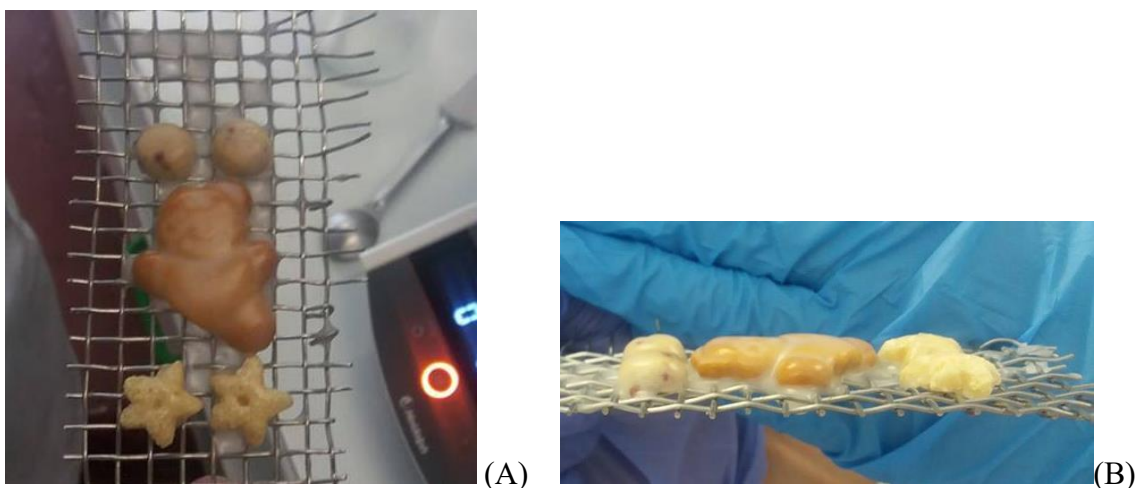


Figura 4.1.1. Cereais revestidos, superfície superior (A) e lateral (B), com método de cortina.

Como verificado na Figura 4.1.1 a aplicação pelo método de cortina permitiu revestir eficientemente a superfície superior e lateral dos cereais testados. Porém, a superfície inferior dos cereais não foi revestida, sendo necessário virar os cereais para que tal aconteça. A nível industrial, ou mesmo à escala piloto, seria necessário um tapete com uma pequena deformação na qual se acumularia revestimento e revestisse a superfície inferior em falta, tal como se observa na indústria do chocolate, no revestimento de bombons e bolachas (Baker Parkins 2017).

Relativamente à geometria, aquela que apresentou os resultados mais satisfatórios, foi a geometria 4 devido à presença de um maior número de aberturas e pela adição da peça plástica. Com esta geometria foi possível obter uma maior quantidade de

revestimento por área de superfície, contribuindo para um revestimento uniforme, contínuo e com uma boa adesão ao componente seco e semelhante as que são visíveis aquando a utilização do equipamento industrial, obviamente com algumas limitações já indicadas.

4.2. Aplicação com o tambor – testes preliminares

Os testes preliminares permitiram tirar conclusões sobre as condições de operação necessárias para futuros ensaios. Assim é possível verificar que quando se aplica o revestimento apenas recorrendo à pistola de ar comprimido (Ensaio 1), sem aplicação de calor, o produto final adquire uma textura granulada e pouco uniforme o que não é o pretendido (Edwards 2008).

A aplicação da solução de lecitina e óleo de soja não provocou a separação desejada dos cereais, sendo necessário a pesquisa de outras soluções que promovam este efeito.

Na tentativa de resolver o problema da agregação dos cereais, recorreu-se à utilização de uma pistola de ar quente (Ensaio 2, 3, 4, 5 e 6), que independentemente de se aplicar o revestimento com a pistola de ar comprimido ou não, não permitiu a obtenção de um revestimento homogéneo dos cereais, existindo a sua agregação às paredes do tambor a partir do momento em que a fonte de calor é desligada (Figura 4.2.1).



Figura 4.2.1. Cereais revestidos após aplicação, com recurso à pistola de ar quente.

A tentativa de aplicar farinha de aveia integral como sólido para evitar a agregação dos cereais (Ensaio 6) não obteve o resultado esperado, uma vez que esta acabou por se dissolver no revestimento formando uma solução bastante viscosa (Figura 4.2.2.). O ideal seria necessário um pó ou líquido que não seja solúvel em gordura e que não seja alterado pelas temperaturas de aplicação.



Figura 4.2.2. Cereais revestidos após aplicação de farinha de aveia integral.

Após a obtenção destes resultados verificou-se que seria necessária uma fonte de arrefecimento que evitasse a agregação dos cereais tanto ao tambor como entre os mesmos. Uma vez que não foi possível obter um caudal de um fluido frio de ar ou de nitrogénio sob a forma de *spray*, como será o indicado para uma aplicação industrial, recorreu-se à colocação de gelo na geometria 2 entre o recipiente e o tambor. Devido a algumas limitações deste processo de arrefecimento, para além da utilização do gelo os cereais foram removidos do tambor durante a aplicação do revestimento, quando se verificava o início da aglomeração dos cereais, e colocados a uma temperatura de 5 °C.

Os resultados desta aplicação encontram-se apresentados na Figura 4.2.3, tanto para as bolas de chocolate marca Continente como para as *Cookies crisp*. Neste ensaio preliminar (Ensaio 9) não foi quantificado o revestimento utilizado.

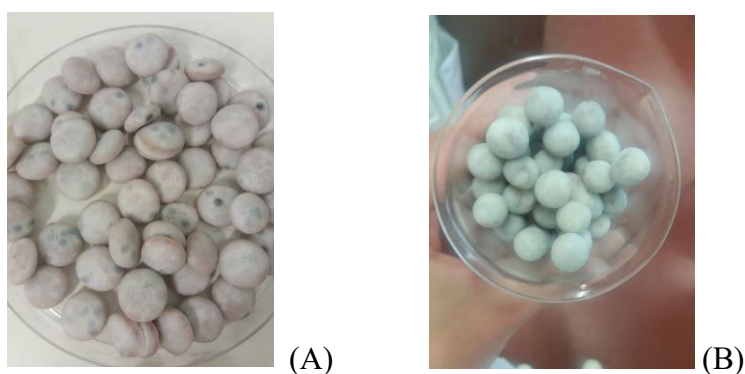


Figura 4.2.3. *Cookies crisp* (A) e bolas de chocolate (B) revestidos, Ensaio 9.

A utilização de novas condições permitiu, tal como é mostrado na Figura 4.2.3, a produção de um revestimento uniformemente distribuído e aparentemente com uma espessura razoável. É ainda possível concluir que o tamanho 2 será a mais indicada para os testes realizados posteriormente, bem como a necessidade de aplicação de arrefecimento.

Relativamente à temperatura do revestimento no interior do copo da pistola de ar comprimido verificou-se que a temperaturas mais elevadas, cerca de 80 °C, este apresenta um comportamento mais líquido e com um tempo de secagem mais elevado. Porém, a temperaturas mais baixas, cerca de 67 °C, ocorre a solidificação parcial do revestimento no interior da pistola de ar comprimido, causando problemas na aplicação. Conclui-se assim que temperaturas próximas dos 70 °C são mais adequadas para este método.

Assim, a partir destes ensaios preliminares é ainda possível determinar que é importante que o tempo de aplicação do *spray* seja curto e que a pausa entre estas aplicações seja mais prolongada. Adicionalmente, a pressão de $1,0 \times 10^5$ Pa apresentou ser a mais adequada para este tipo de aplicação.

4.2.1. Permeabilidade à água

A partir dos cereais obtidos no Ensaio 9 decidiu-se avaliar o seu comportamento em água. Verificou-se que após três dias, cinco cereais das oito iniciais mantiveram o seu formato. E ao fim de catorze dias constatou-se que quatro cereais permaneciam intactos, sem quebras, demonstrando que as condições testadas neste ensaio devem servir como a base para futuras aplicações. Com base nestes resultados, foram avaliados determinados parâmetros físicos com a textura, espessura e massa.

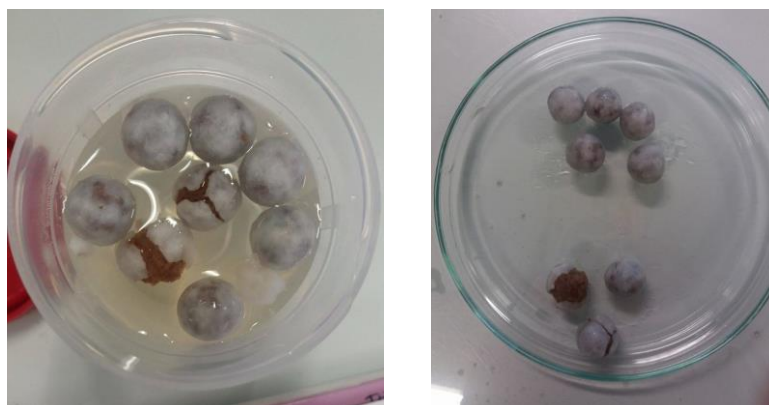


Figura 4.2.4. Bolas de chocolate marca Continte após 3 dias em água destilada.

Dois dias após da sua colocação em tubos *Falcon* os quatro cereais mantiveram as suas propriedades. A Figura 4.2.5 é referente a estas quatro esferas catorze dias após a sua colocação em água.



Figura 4.2.5. Bolas de chocolate do Ensaio 9 após catorze dias em água destilada.

4.2.2. Espessura

A espessura das bolas de chocolate da marca Contente encontra-se apresentada na Tabela 4.2.1.

Tabela 4.2.1. Espessura do revestimento (E_r) e a Espessura do cereal revestido (E_{cr}) das bolas de chocolate marca Contente do Ensaio 9 (n=30)

E_r /mm	2,004
E_{cr} /mm	12,907 ± 0,533

A Tabela 4.2.2 apresenta o valor das espessuras médias da superfície superior e inferior dos cereais *Cookies crisp*, assim como da superfície lateral.

Tabela 4.2.2. Espessura do revestimento (E_r) e a Espessura do cereal revestido (E_{cr}) das *Cookies crisp* chocolate marca Nestlé do Ensaio 9 (n=30)

	Superfície superior e inferior	Superfície lateral
E_r /mm	2,409	0,822
E_{cr} /mm	8,348 ± 0,678	18,700 ± 0,880

Daqui é possível observar que o revestimento adere menos à superfície lateral do que à superfície superior e inferior. Esta observação está diretamente relacionada com a geometria pouco esférica do cereal.

4.2.3. Swelling e textura

As bolas de cereais do Ensaio 9 finalizado foram analisadas após quatro dias e oitenta e quatro dias em água. Os resultados obtidos, relativamente à percentagem de *swelling*, encontram-se apresentados na Figura 4.2.6.

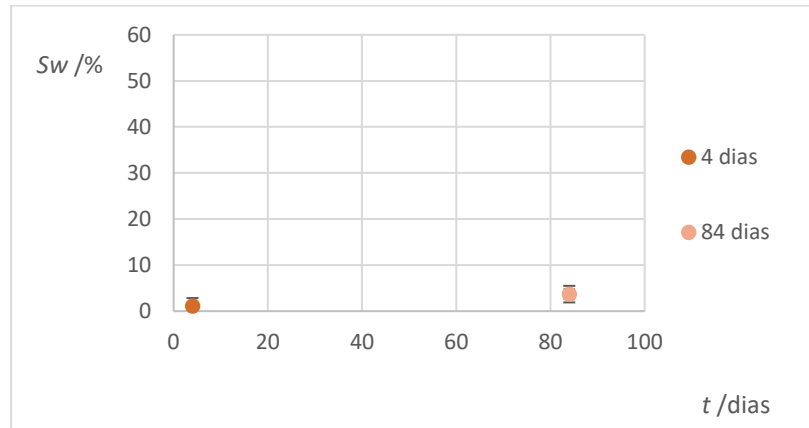


Figura 4.2.6. Resultados de *swelling* (*Sw*) das bolas de chocolate marca Continente do Ensaio 9.

Após a análise do gráfico é possível verificar-se que a percentagem de *swelling* se encontra, maioritariamente abaixo dos 5 %, o que revela ser um bom resultado indicando que a absorção de água foi reduzida.

A textura é considerada um dos atributos sensoriais mais importantes na aceitação, por parte dos consumidores, de cereais e bolachas. Os cereais, de uma forma geral, apresentam uma estrutura granular ligeiramente compactada, onde o ar está preso entre os vários grânulos distribuído de uma forma não uniforme. De forma a compreender melhor os resultados obtidos pelo texturómetro são apresentados na figura seguinte dois tipos de perfis, um de um cereal crocante e outro de um cereal húmido (Pereira *et al*, 2013).

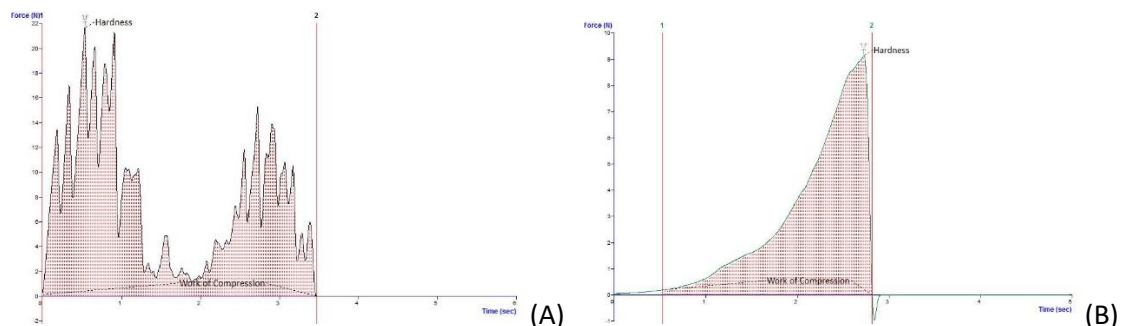


Figura 4.2.7. Perfil de um cereal crocante (A) e de um cereal não crocante (B).

Através da análise dos gráficos é possível aferir que o perfil de um cereal crocante revela diversos picos de durezas diferentes e uma dureza superior à obtida aquando a

compressão de um cereal húmido (Figura 4.2.7 (A)). Em contraste, o perfil de um cereal húmido de uma forma geral revela apenas um pico crescente. Isto deve-se ao facto de os cereais apresentarem uma estrutura coesiva e frágil, com diversos orifícios onde se encontra ar. Daí que, quando um cereal é crocante, apareçam diversos picos uma vez que os picos representam o encontro da sonda com a massa do cereal, sendo que nos restantes espaços se encontra ar, que induz uma resistência mais baixa originando uma dureza menor. Quando o cereal está húmido, não existem espaços com ar no cereal, porque a massa do cereal encontra-se misturada com a água, levando a uma compressão lenta e com um único pico (Pereira *et al*, 2013).

Os resultados da análise realizada no texturómetro encontram-se apresentados na Figura 2.3.8.

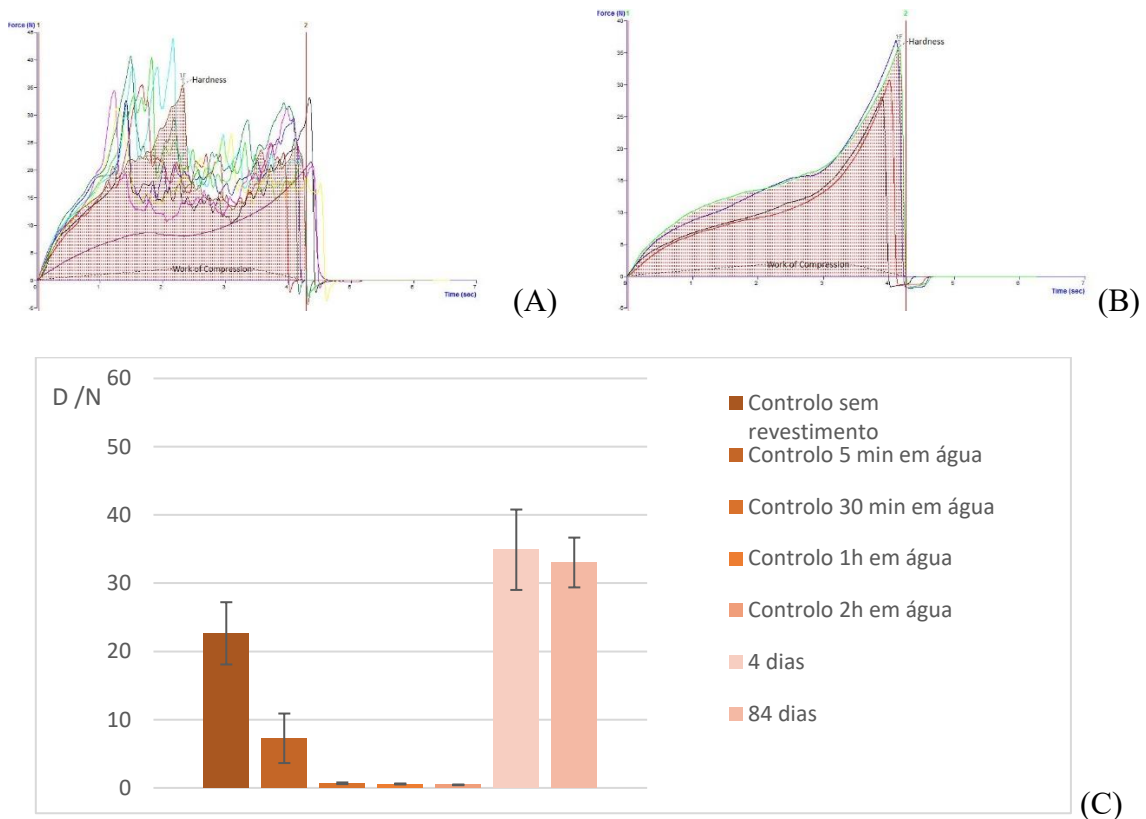


Figura 4.2.8. Perfis do texturómetro das bolas de chocolate do Ensaio 9 após quatro dias (A) e oitenta e quatro dias (B) em água, diferentes tipos de ensaios e respetivas durezas médias para o Ensaio 9 (C).

É possível afirmar que os cereais do Ensaio 9 se mantêm crocantes após quatro dias em água, enquanto após oitenta e quatro dias, não. Isto, uma vez que, a Figura 4.2.8 (A) apresenta diversos picos, que tal como já foi referido anteriormente, indica a presença

de ar no interior do cereais. Em contraste, a Figura 4.2.8 (B) apresenta um aumento gradual da dureza com um único pico.

Ao fim de oitenta e quatro dias, e apesar de ao tacto os cereais não se encontrarem húmidos, não estavam crocantes. Estes resultados indicam que o revestimento funciona e que efetivamente evita a entrada de água mas não foi capaz de evitar a transferência de humidade para o interior do cereal, afetando a sua crocância. Algo poderá indicar que algumas moléculas de água foram atravessando o revestimento mas não o suficiente para humedecer o cereal.

Contudo, observando a Figura 4.2.8 (C) verifica-se que a dureza média necessária para comprimir o cereal é semelhante em ambos os casos e superior ao valor obtido pela compressão de um cereal seco não revestido. Esta observação poderá ser justificada pelo facto de o revestido aumentar a força necessária para comprimir o cereal conduzindo a uma maior dureza necessária para a sua compressão.

4.3. Aplicação com o tambor

4.3.1. Formulação 1 – óleo de coco e cera de abelha

As espessuras do cereal, a espessura do revestimento, a massa de revestimento e os resultados do teste de *swelling* relativas às bolas de chocolate, marca Continente, encontram-se apresentados na Tabela 4.3.1.

Tabela 4.3.1. Espessura dos cereais revestidos (E_{cr}), massa dos cereais revestidos (m_{cr}), espessura do revestimento (E_r) e massa do revestimento (m_r) dos diferentes ensaios das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 1 (n=30)

Ensaio	E_{cr} /mm	m_{cr} /g	E_r /mm	m_r /g
1	12,719 ± 0,408	0,6615 ± 0,0738	1,608	0,4312
2	12,993 ± 0,663	0,7712 ± 0,0683	1,882	0,4809
3	13,152 ± 0,441	0,6411 ± 0,0652	2,042	0,4107
4	14,078 ± 0,546	1,055 ± 0,092	2,967	0,8248
5	13,532 ± 0,496	0,8276 ± 0,0870	2,421	0,5973
6	13,376 ± 0,404	0,08269 ± 0,0923	2,266	0,5965

Através da análise da Tabela 4.3.1, é possível verificar que a espessura aumenta entre os Ensaios 1, 2 e 3 de acordo com o aumento do número de aplicações de spray, o que aparenta ser coerente com o esperado.

Porém, verifica-se espessuras bastantes superiores nos Ensaio 4, 5 e 6, apesar de o número de aplicações ser igual ao do ensaio 1, 48 vezes. Apesar da temperatura e percentagem de cera serem fatores que variam, o fator que se pensa ter uma maior influência neste resultado é a quantidade de cereais revestida, que é superior nos ensaios 4, 5 e 6.

Comparando o Ensaio 1 e o Ensaio 5, cujos as condições de operação são as mesmas, apenas variando a quantidade, é possível corroborar este facto, visto que a espessura em 1 é inferior à espessura em 5. De facto, a massa de cereal a revestir demonstrou tratar-se de uma variável importante, dado que aumentando a massa do cereal aumentou-se a espessura. Uma justificação plausível é a ocupação de maior volume no tambor, levando à existência de menos perdas de revestimento por acumulação junto à parede do tambor.

Ainda é possível observar que no Ensaio 4, a espessura e a massa são bastante mais elevadas do que os Ensaio 5 e 6, que poderá ser justificado pela diferença de temperatura. O que pode indicar que a uma temperatura de 68 °C, haja uma maior adesão do revestimento ao cereal do que a 73 °C. Uma vez que a percentagem de cera varia entre 4 e 6, mas também varia entre 5 e 6 e estes apresentam resultados semelhante, pelo que este parâmetro não será o influenciador.

Relativamente à massa, do Ensaio 2 para o Ensaio 3, há uma diminuição da massa o que não seria esperado, uma vez que tanto o número de aplicações como a espessura aumentam, aparentemente não parece existir uma razão evidente que permita justificar este resultado a não ser a elevada porosidade dos cereais, ou a sua quebra durante o manuseamento, como é possível observar na Figura 4.3.1.

No entanto, é preciso notar que considerando os devios-padrões de cada ensaio é possível obter valores bastante próximos, o que indica que esta análise iria necessitar de um maior número de amostras e de um tratamento estatístico.

Como é possível observar ainda nas imagens em alguns ensaios, como é o caso do Ensaio 2, 4, 5 e 6, obtiveram-se cereais bastante porosos e com orifícios. Algo que pode ser justificado, nos Ensaio 4, 5 e 6, mais uma vez pelo o aumento da massa a revestir de cereais que induziu variações significativas no revestimento, tornando-o muito mais irregular.

A análise das imagens do Ensaio 4, 5 e 6 permite verificar a existência de uma camada muito mais espessa que nos Ensaio 1, 2 e 3 (Figura 4.3.1).



(1)



(2)



(3)



(4)



(5)



(6)

Figura 4.3.1. Imagens das bolas de chocolate marca Continente do Ensaio 1 (1), do Ensaio 2 (2), do Ensaio 3 (3), do Ensaio 4 (4), do Ensaio 5 (5) e do Ensaio (6) revestidos com a formulação 1.

Pela Figura 4.3.1. é possível observar que os Ensaio 1 e 3 aparentam ter uma espessura bastante inferior aos Ensaio 4, 5 e 6. Porém do número de aplicações é igual entre os Ensaio 1, 4, 5 e 6.

De forma a compreender melhor os resultados de *swelling* obtidos foi construída a Tabela 4.3.2. que indica o número de cereais inteiros dos 10 cereais testados de cada ensaio, isto é, sem fraturas visíveis e sem fungos, e ainda o número de cereais que têm

uma percentagem de *swelling* inferior a 10 % e inferior a 5 %. É ainda importante referir que o período de tempo 1 (t_1) e 2 (t_2), são comuns a todos os ensaios sendo, respetivamente, 4 e 11 dias em água. O período de tempo 3 (t_3) dos ensaios 1, 3, 4, 5 e 6 é, respetivamente, 64, 65, 37, 28 e 27 dias. O período de tempo 4 (t_4), apenas existe para os ensaios 1 e 3, sendo este de 67 e 71 dias.

Tabela 4.3.2. Número de cereais inteiros (*int/10*), com uma percentagem de *swelling* inferior a 10% (<10%) e inferior a 5% (<5%), em diferentes períodos de tempo após colocação em água para as bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 1

Ensaio	t_1			t_2			t_3			t_4		
	<10%	<5%	<i>int</i> /10	<10%	<5%	<i>int</i> /10	<10%	<5%	<i>int</i> /10	<10%	<5%	<i>int</i> /10
1	6	3	9	2	2	2	3	2	3	0	0	0/10
2	0	0	0	0	0	0						
3	3	0	3	4	4	5	2	2	3	2	2	2
4	2	2	9	0	0	0	0	0	5			
5	1	0	8	0	0	5	0	0	6			
6	1	0	5	0	0	4	0	0	4			

O gráfico seguinte apresenta a percentagem de *swelling* dos diferentes ensaios das bolas de chocolate inteiros da marca Continente revestido com a formulação 1.

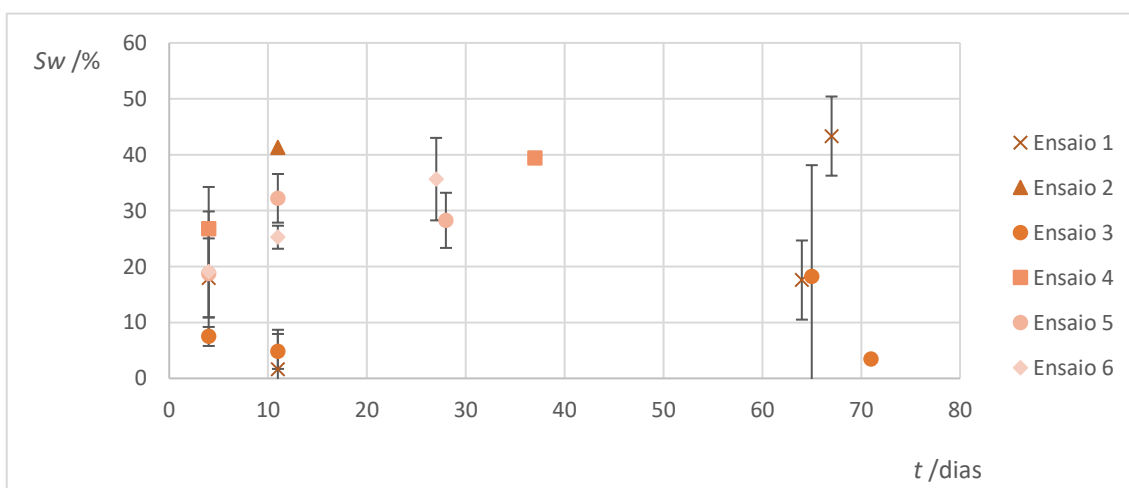


Figura 4.3.2. Percentagem de *swelling* (Sw) dos diferentes ensaios para os diferentes períodos de tempo para as bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 1.

Pela a análise do gráfico verifica-se que, uma grande parte dos ensaios apresenta uma percentagem de *swelling* superior a 10 %, o que indica que na maior parte dos casos houve uma absorção de água significativa. Algo que já seria esperado de acordo com a Tabela 4.3.2.

No Ensaio 5, apesar de ao fim de vinte e oito dias existirem cereais intactos, apresentam uma percentagem de *swelling* acima de 30 %. O mesmo comportamento verifica-se para o Ensaio 6. Possivelmente, este comportamento deve estar associado a uma espessura superior tal como é possível observar na Figura 4.3.1, que por alguma falha de aplicação permitiu a entrada de água. As falhas poderiam não ser visíveis devido à espessura do revestimento.

Porém, o Ensaio 3 foi aquele que apresentou os melhores resultados, sendo que os resultados do Ensaio 1 também são satisfatórios, havendo a existência de cereais com percentagem de *swelling* inferior a 5 e 10%. Algo que poderia ser justificado, essencialmente, pela massa de cereais revestidos ser inferior nos Ensaios 1, 2 e 3 produzindo um revestimento mais uniforme e conseqüentemente com melhores resultados.

Para cada um dos ensaios foram gerados gráficos a partir do *software* do texturómetro, assim como uma compilação dos resultados da dureza apresentados na Figura 4.3.3 para o Ensaio 1.

Da análise dos perfis do texturómetro retira-se que após quatro dias em água, é possível obter diversos perfis de cereais crocantes, enquanto que após onze dias, observa-se a existência de apenas um cereal com perfil crocante. Pela leitura dos restantes perfis, pode afirmar-se que todos os cereais deixaram de apresentar crocância, dado o perfil obtido deixar de apresentar os diversos picos que se vão formando ao longo da compressão, devido à quebra constante das diversas estruturas existentes no interior do cereal seco. Assim confirma-se que ocorreu migração de humidade para o interior do cereal (Stable Micro Systems 2017).

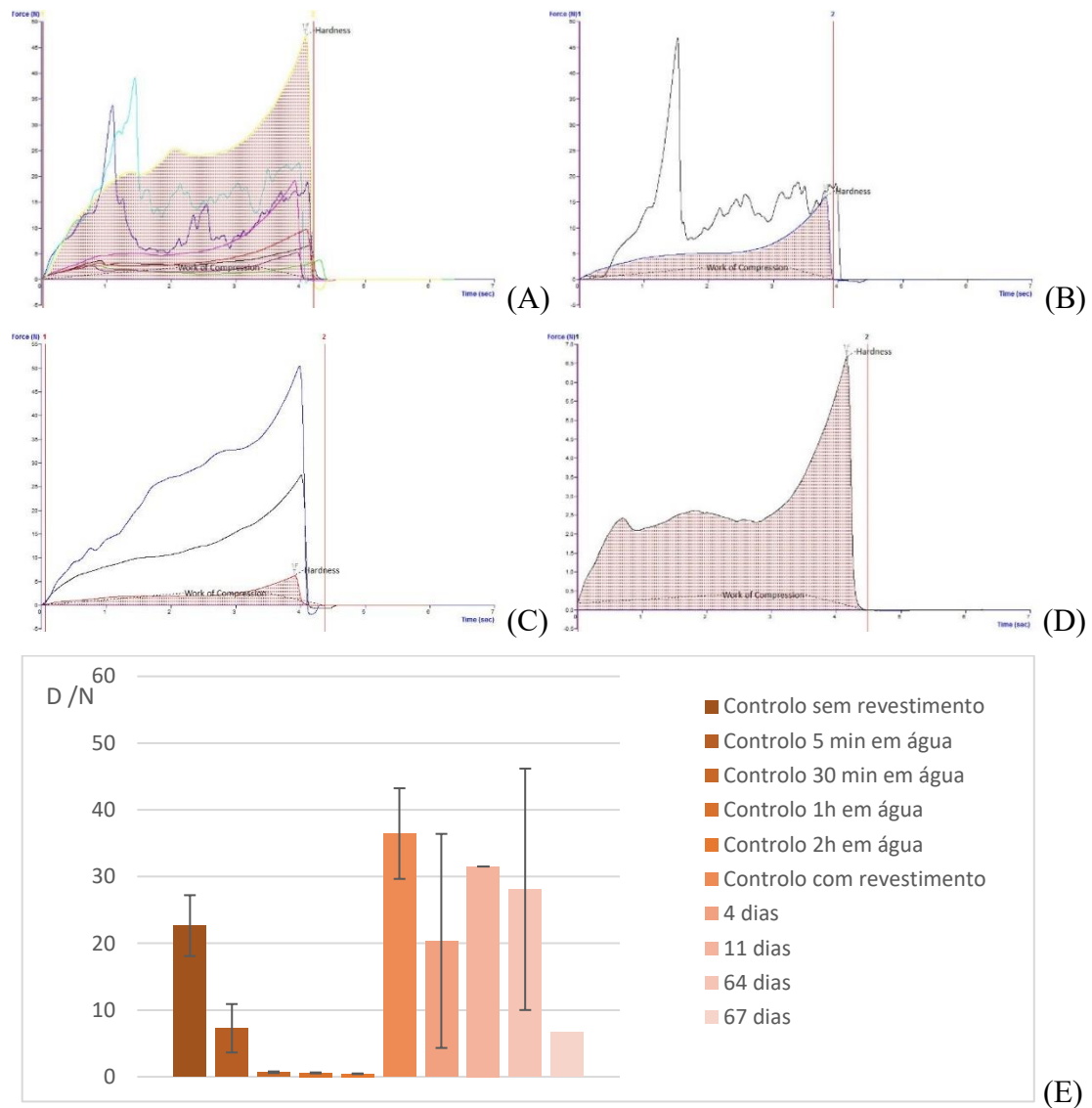


Figura 4.3.3. Perfis de compressão após quatro dias (A), onze dias (B), sessenta e quatro dias (C) e sessenta e sete dias (D), e ainda as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (E) para o Ensaio 1 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 1.

Relativamente à dureza média (Figura 4.4.3 (E)), como seria expectável a dureza dos cereais revestidos é superior à de um cereal sem revestimento. Também é possível aferir que a degradação de um cereal em água é bastante rápida sendo que passados apenas 30 minutos a dureza passou de cerca de 22 N, cereal seco, para 0,68 N. No entanto, os cereais após quatro dias em água apresentam uma dureza média inferior aos cereais após onze dias, o que poderá ser justificado pelo facto de após onze dias existirem apenas dois cereais analisados.

O mesmo foi realizado para o Ensaio 2, no qual apenas foi analisado os cereais após onze dias em água, uma vez que, como é possível observar na Figura 4.3.1. (2) este

ensaio resultou em cereais bastante porosos o que fez com que o revestimento não fosse eficiente, originando cereais humedecidos e, de uma forma geral, desfeitos.

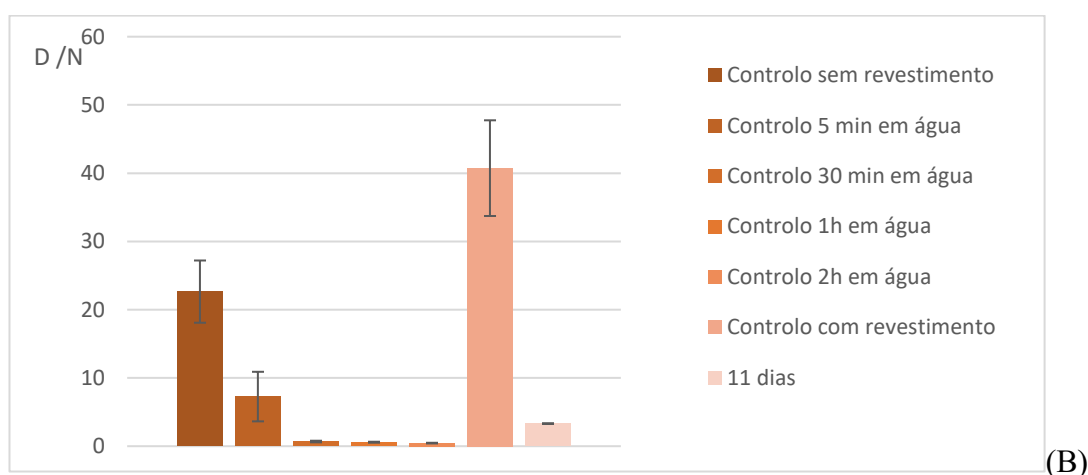
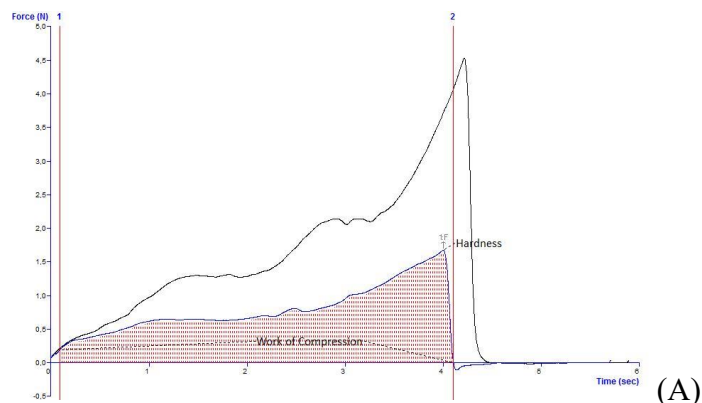


Figura 4.3.4. Perfis de compressão após onze dias em água (A) e as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (B) para o Ensaio 2 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 1.

Tal como foi observado na Tabela 4.3.2 dos cereais intactos não houve nenhum cereal com $< 10\%$ daí ser expectável que estejam completamente húmidos, apresentando por isso uma baixa dureza tal como é apresentado no perfil do texturómetro, no qual o valor apresentado que é quase tão baixo como o dos cereais sem revestimento em água, que como já foi referido é justificado pela elevada porosidade dos cereais, que possivelmente se deve a problemas existentes na aplicação.

Os perfis do Ensaio 3 encontram-se apresentados na Figura 4.3.5.

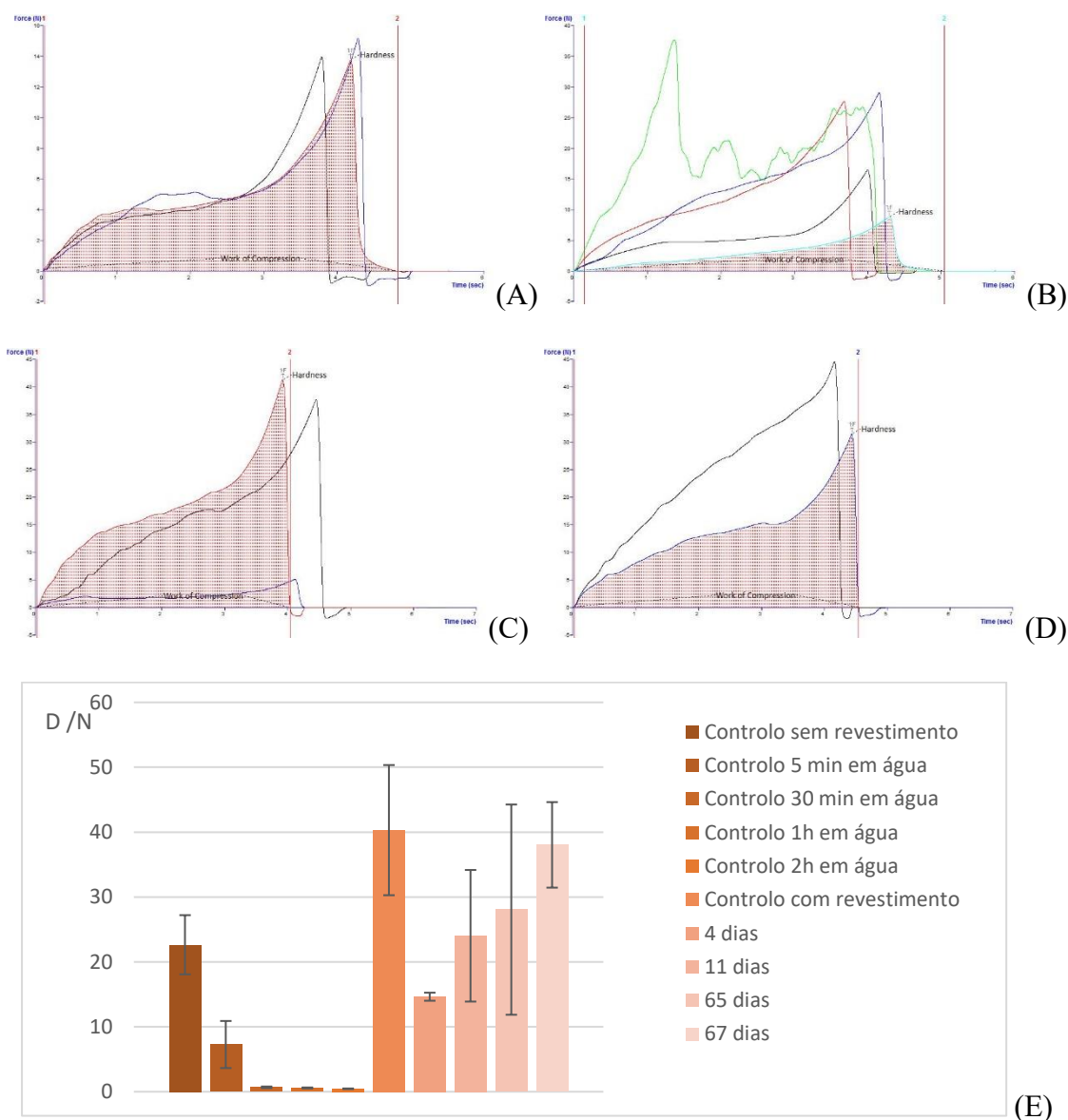


Figura 4.3.5. Perfis de compressão após quatro dias (A), onze dias (B), sessenta e cinco dias (C) e sessenta e sete dias (D) em água, e ainda as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (E) para o Ensaio 3 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 1.

Relativamente às durezas médias verifica-se um aumento com o aumento do número de dias que o cereal está em água, mas não implica diretamente um aumento do número de cereais crocantes, uma vez que pela análise dos perfis apenas um cereal manteve a sua crocância. Apesar da existência deste cereal indicar que o revestimento funciona, revela que existem problemas no método de aplicação não permitindo obter a homogeneidade da amostra.

Para o Ensaio 4 os perfis e as durezas médias encontram-se apresentados na Figura 4.3.6.

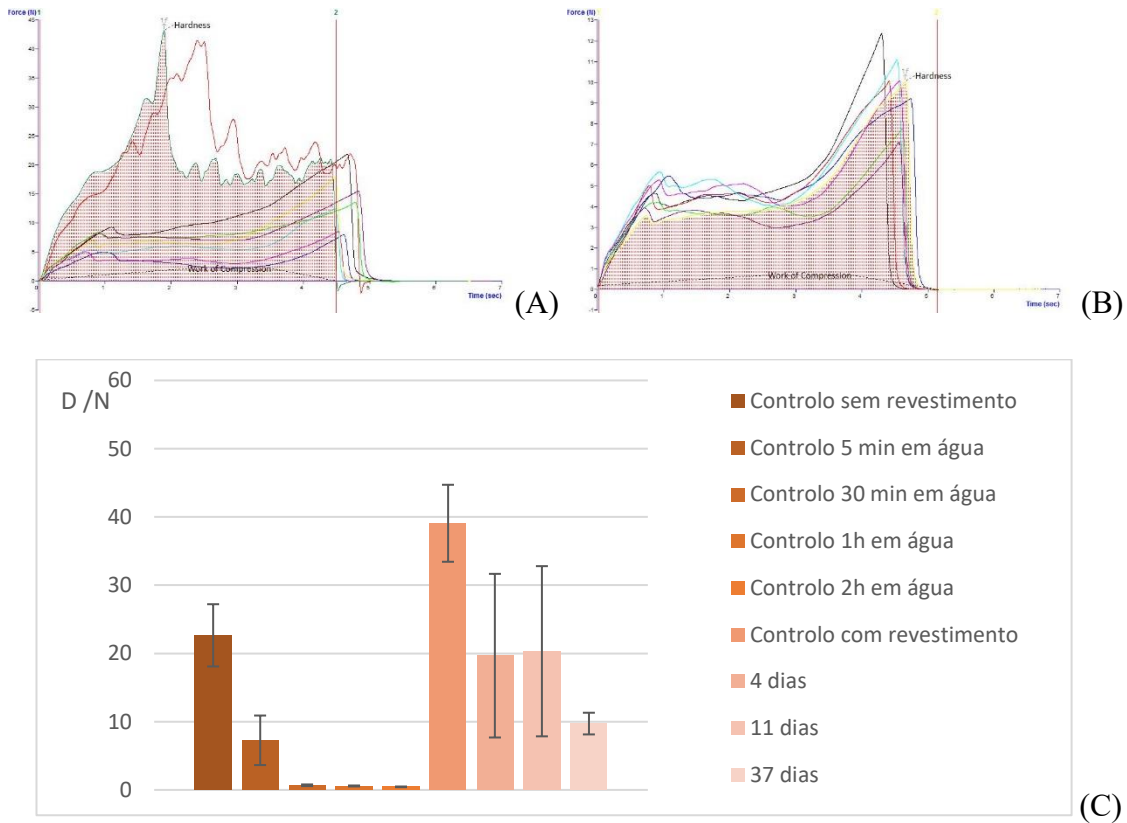


Figura 4.3.6. Perfis de compressão após quatro dias (A) e trinta e sete dias (B) em água, e ainda as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (C) no Ensaio 4 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 1.

Neste ensaio, verifica-se a existência de dois cereais crocantes que tal como já foi referido, indica que o revestimento impede a passagem de humidade. Relativamente às durezas médias verifica-se que após quatro dias em água os cereais revestidos apresentam um valor próximo de um cereal seco. Enquanto que após trinta e sete dias em água o valor da dureza média encontra-se próximo do valor do controlo após 5 minutos em água.

Para o Ensaio 5 os perfis e as durezas médias encontram-se apresentadas na Figura 4.3.7.

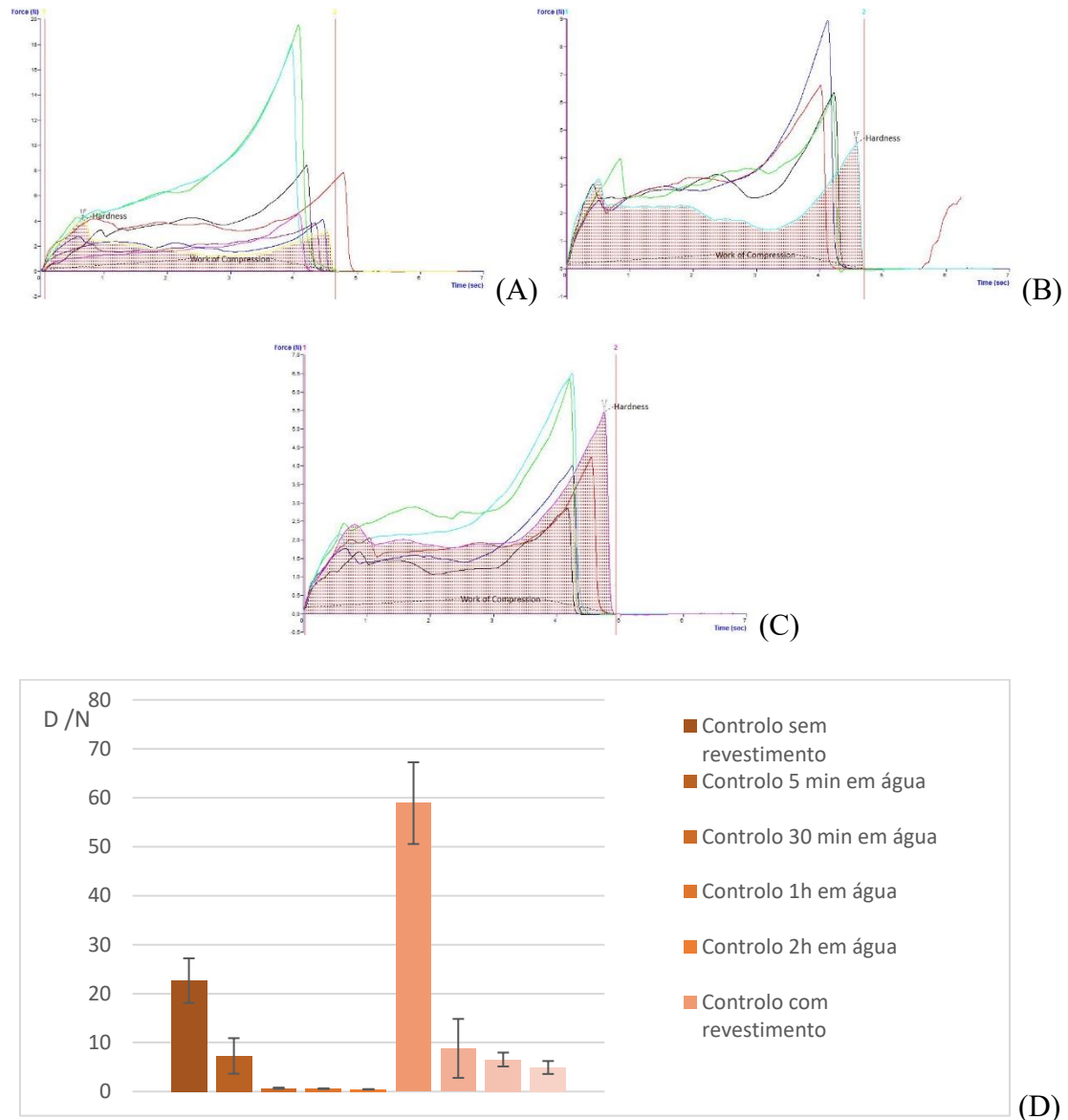


Figura 4.3.7. Perfis de compressão após quatro dias (A), onze dias (B) e vinte e oito dias (C) em água, e ainda as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (D) para o Ensaio 5 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 1.

Da análise dos perfis do texturómetro pode aferir-se que não existe nenhum gráfico com o perfil de 100% crocante como o cereal seco de controlo. Contudo, e embora não sejam flutuações muito significativas, existem variações nos gráficos a meio da análise. Isto poderá ser devido à existência de algumas estruturas que confirmam alguma crocância aos cereais, não sendo um perfil com comportamento linear crescente como alguns dos gráficos anteriores.

Analisando o gráfico da dureza média, verificou-se que esta diminui gradualmente ao longo do tempo, um comportamento próximo do que seria esperado. No entanto, os

cereais revestidos apresentam valores quase semelhantes ao cereal sem revestimento após 5 minutos em água (Stable Micro Systems 2017).

Para o Ensaio 6, o mesmo é apresentado na Figura 4.3.8.

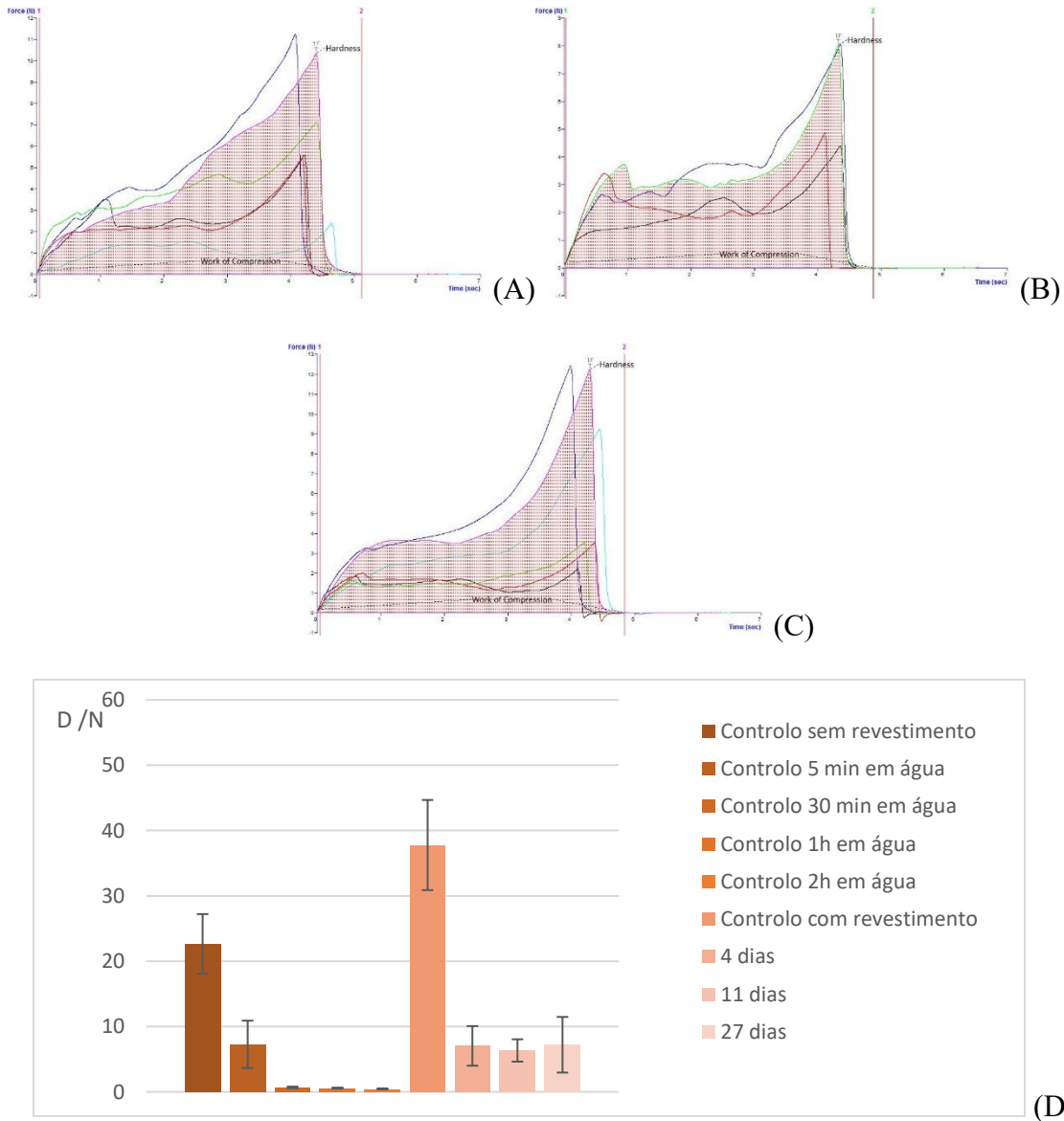


Figura 4.3.8. Perfis de compressão após quatro dias (A), onze dias (B) e vinte e sete dias (C) em água, e ainda as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (D) para o Ensaio 6 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 1.

Da análise dos perfis retira-se que os cereais após quatro e onze dias em água analisados ainda preservam algumas partes crocantes, não demonstrando um perfil completamente semelhante a um cereal húmido.

No entanto, as durezas são bastante semelhantes nos diferentes períodos de tempo e mais uma vez o cereal revestido apresenta uma dureza superior ao cereal revestido.

De um modo geral, os Ensaio 2, 3 e 4 apresentaram melhores resultados uma vez que apresentavam perfis crocantes e durezas médias superiores, apesar de no Ensaio 4 a dureza elevada também se dever à espessura elevada do cereal. Ainda analisando a Tabela 4.3.2 estes ensaios apresentam um maior número de cereais inteiros e um maior número de cereais com uma percentagem de *swelling* inferior a 5 e 10 %.

O Ensaio 2 é aquele que apresenta piores resultados, que como já foi referenciado se deve à elevada porosidade dos cereais. Uma vez que a dureza, em qualquer caso é uma consequência direta da redistribuição de água entre os componentes e à sua perda de volume seco (Piga *et al.*, 2005).

Os Ensaio 5 e 6 tiveram piores resultados, e visto que têm o mesmo número de aplicações do Ensaio 4 mas condições de operação de operações distintas. O que permite concluir que uma temperatura de 68 °C e uma percentagem de 23,1 % (m/m) de cera de abelha, permite obter melhores resultados.

Entre os Ensaio 1 e 4, apesar da temperatura de aplicação e a percentagem de cera serem iguais, a massa de cereais a ser revestida é diferente o que justifica as diferenças obtidas entre estes. Permitindo afirmar que a massa de cereais a revestir é um parâmetro importante para esta operação.

Na Tabela 4.3.3 encontram-se os resultados já referenciados para os cereais *Cookies crisp*.

Tabela 4.3.3. Espessura dos cereais revestidos (E_{cr}) e a espessura do revestimento (E_r) da superfície superior e inferior ($S_{inf e sup}$) e da superfície lateral (S_{lat}), massa dos cereais revestidos (m_{cr}) e massa do revestimento (m_r) dos diferentes ensaios das *Cookies crisp* revestidos com a formulação 1 (n=30)

Ensaio	E_{cr} /mm		M_{cr} /g	E_r /mm		M_r /g
	$S_{inf e sup}$	S_{lat}		$S_{inf e sup}$	S_{lat}	
1	8,141 ± 0,669	19,77 ± 0,88	1,066 ± 0,167	2,203	1,895	1,019
2	8,632 ± 0,828	18,80 ± 1,00	1,389 ± 0,362	2,693	1,926	1,341
3	8,572 ± 0,724	20,04 ± 0,76	1,239 ± 0,170	2,633	2,165	1,192

Da análise da tabela é possível observar-se que a espessura obtida na superfície inferior e superior é mais elevada do que a observada nas superfícies laterais, algo que seria de esperar e é justificável pela geometria pouco esférica do cereal.

Na Figura 4.3.9 é possível observar os resultados obtidos nos 3 ensaios.

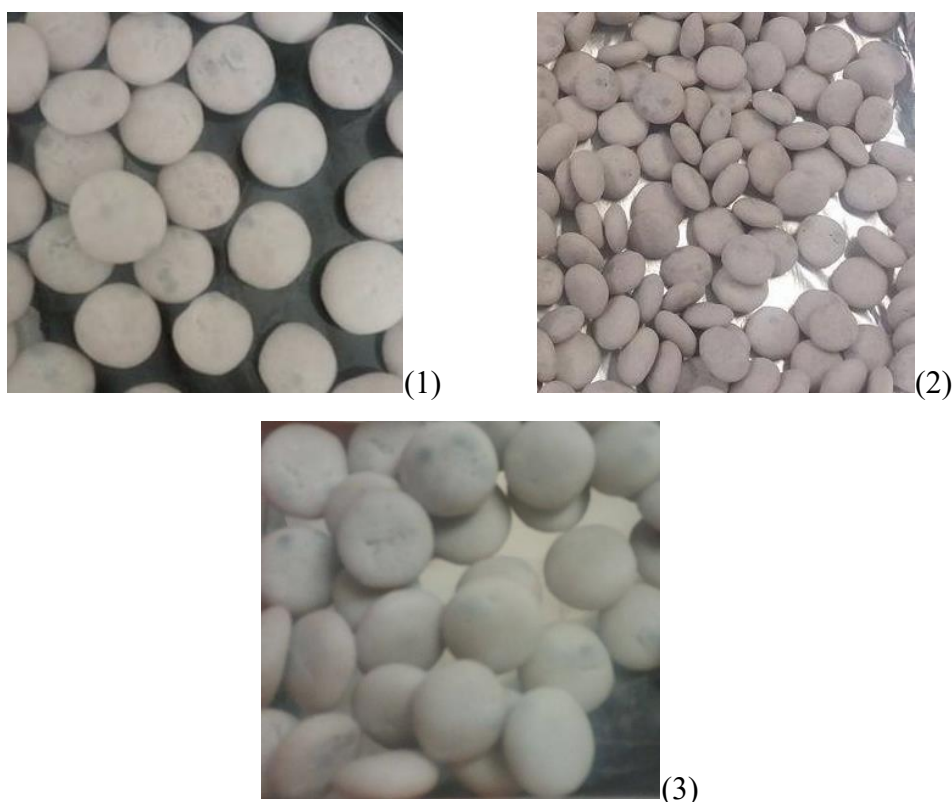


Figura 4.3.9. Imagens das *Cookies crisp* do Ensaio 1 (1), do Ensaio 2 (2) e do Ensaio 3 (3) revestidos com a formulação 1.

Para estes cereais também foram realizados testes de *swelling*, considerando o número de cereais inteiros. No Ensaio 1, apenas um cereal resistiu ao primeiro dia, não restando mais nenhum nos restantes. Isto indica que este número de aplicações não é suficiente para promover um revestimento eficiente. A Tabela 4.3.4 apresenta número de cereais inteiros, isto é, sem fraturas visíveis e sem fungos, e ainda o número de cereais que têm uma percentagem de *swelling* inferior a 10% e inferior a 5%. É ainda importante referir que o período de tempo 1 (t_1) e 2 (t_2), são comuns a todos os ensaios sendo, respetivamente, 4 e 11 dias. O período de tempo 3 (t_3) dos ensaios 1, 2 e 3 é, respetivamente, 62, 25 e 61 dias. O período de tempo 4 (t_4), apenas existe para o ensaio 2, sendo este de 26 dias.

Tabela 4.3.4. Ensaios com o número de cereais inteiros (*int/10*), e com uma percentagem de *swelling* inferiores a 10% (<10%) e inferior a 5% (<5%), em diferentes períodos de tempo das *Cookies crisp* revestidos com a formulação 1

Ensaio	t_1			t_2			t_3			t_4		
	<10%	<5%	<i>int</i> / 10	<10%	<5%	<i>int</i> / 10	<10%	<5%	<i>int</i>	<10%	<5%	<i>int</i>
2	0	0	0	0	0	2	4	1	8/20	1	0	5/10 0
3	1	1	1	0	0	0	1	1	2/10			

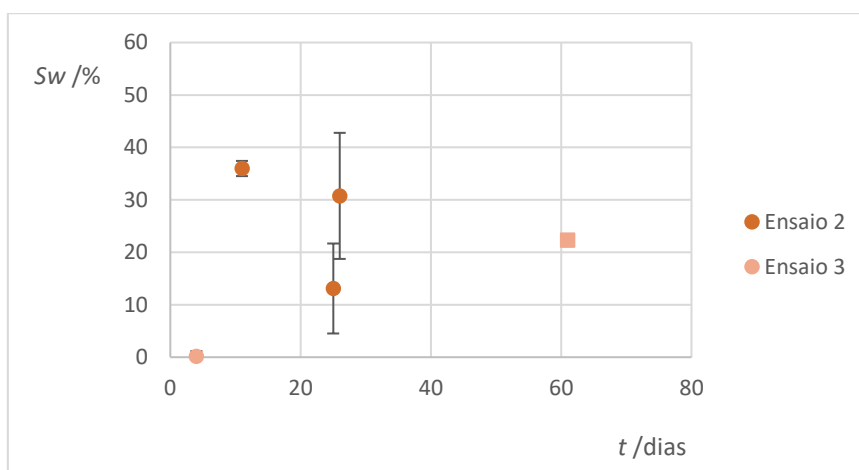


Figura 4.3.10. Percentagem de *swelling* (*Sw*) dos diferentes ensaios para diferentes períodos de tempo das *Cookies crisp* revestidos com a formulação 1.

No Ensaio 3, após quatro dias em água foi possível observar uma percentagem de *swelling* próxima de zero, no entanto este valor é apenas referente a 1 cereal, pelo que indica a formulação é eficiente, mas o processo de aplicação ainda deverá ser sujeito a mais testes de modo a encontrar as condições adequadas para a produção de um revestimento eficiente sobre o cereal. Assim, de uma forma geral, a aplicação neste tipo de cereal não apresenta resultados tão bons quando comparado com a aplicação nas bolas de chocolate.

Para o Ensaio 2 os resultados obtidos após os testes de compressão encontram-se apresentados na Figura 4.3.11.

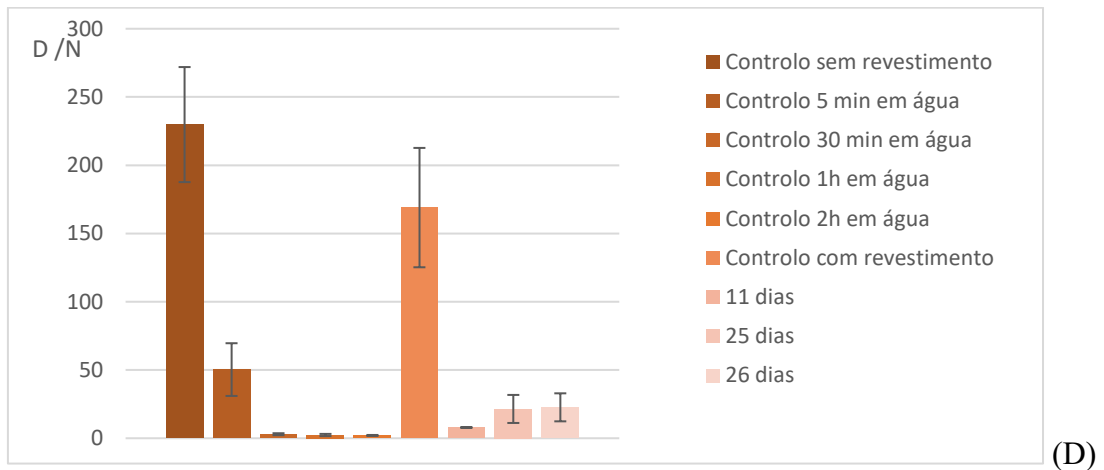
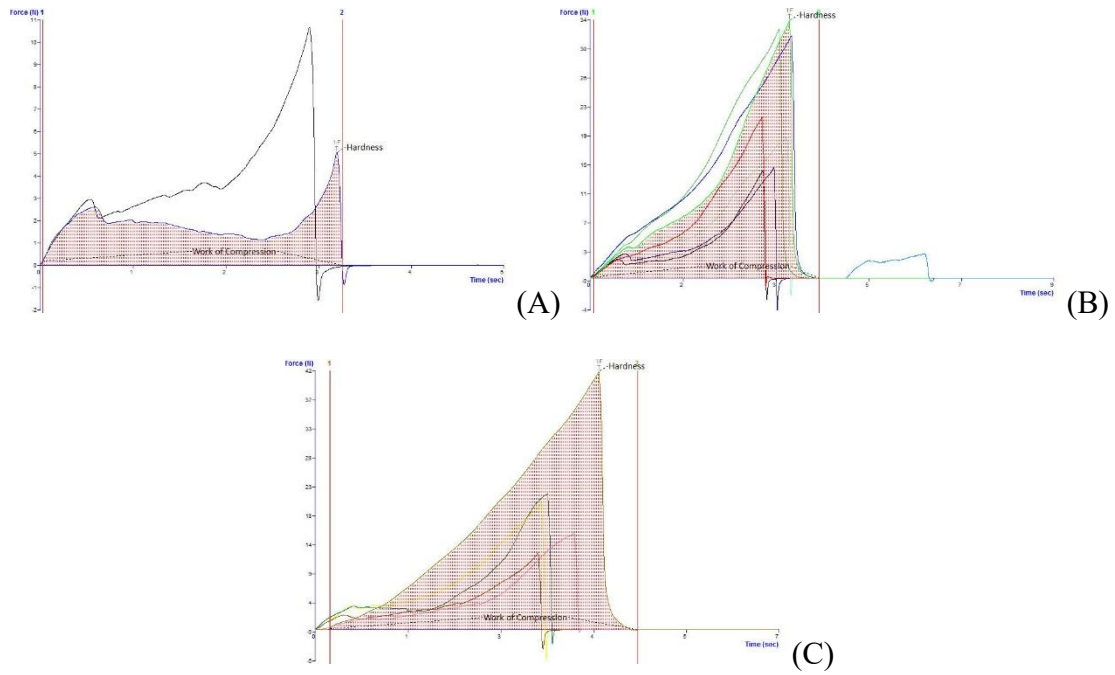


Figura 4.3.11. Perfis de compressão após onze dias (A), vinte e cinco dias (B) e vinte e seis dias (C) em água, e ainda as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (D) para o Ensaio 2 das *Cookies crisp* revestidos com a formulação 1.

Pela a análise dos perfis verifica-se que não existe nenhum cereal crocante neste tipo de ensaio, de facto após quatro dias em água não restou nenhum cereal inteiro para realizar o teste do texturómetro, dados todos eles terem absorvido água.

Relativamente às durezas, o cereal sem revestimento apresenta um valor superior ao cereal com revestimento, uma vez que o cereal sem revestimento apresentava uma estrutura mais compacta e com uma altura menor, podendo justificar este resultado.

O valor das durezas dos diferentes períodos de tempo é mais baixo do que o valor da dureza obtido pelo controlo em água durante 5 minutos, o que mais uma vez confirma que os cereais não se encontravam crocantes.

Para o Ensaio 3 a mesma informação é apresentada na Figura 4.3.12.

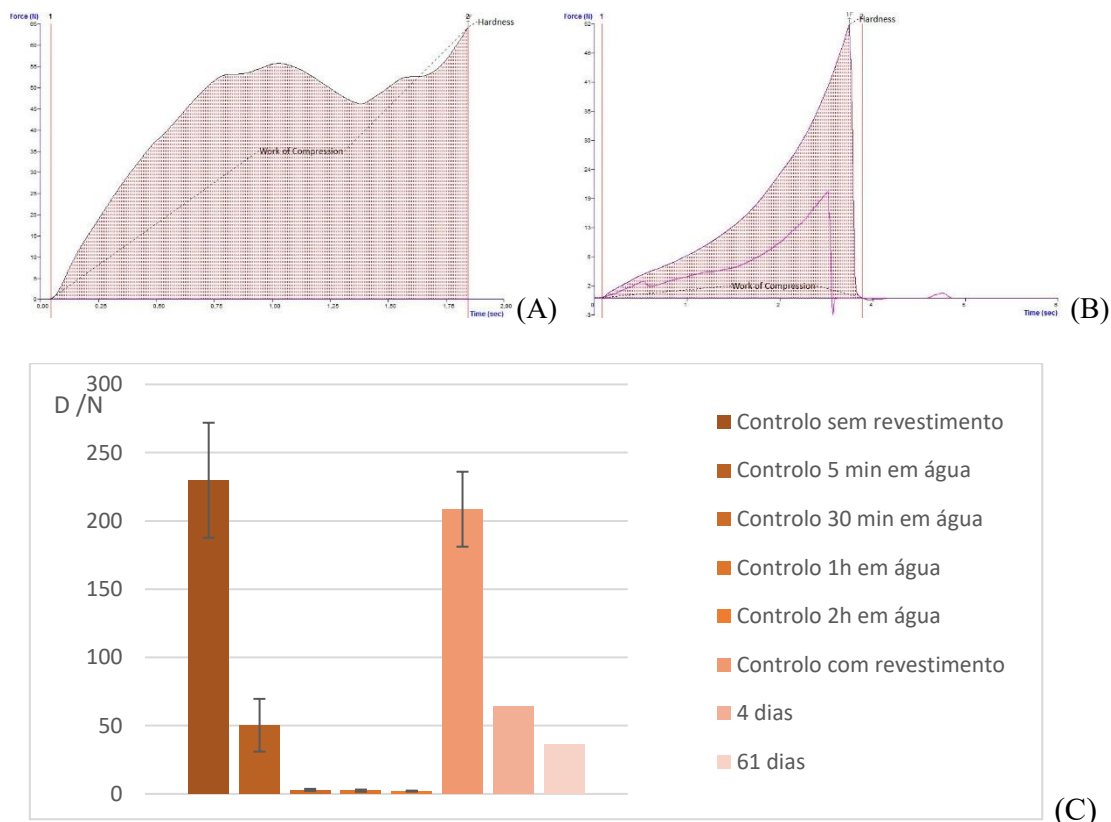


Figura 4.3.12. Perfis de compressão após quatro dias (A), após sessenta e um dias (B) em água, e as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ este parâmetro não é calculado) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (C) para o Ensaio 3 das *Cookies crisp* revestidos com a formulação 1.

Estes perfis permitem concluir que os cereais analisados apresentam perfis húmidos. Apesar de após quatro dias em água a percentagem de *swelling* ser próxima de zero, o perfil apresentado apresenta baixa irregularidade, revelando um comportamento mais próximo de um perfil de um cereal húmido. Os valores de dureza deste ensaio são superiores ao do Ensaio 2, no entanto encontram-se ainda próximos do valor de dureza dos cereais não revestidos após 5 minutos em água.

Em suma, esta geometria de cereal não apresenta bons resultados quando se recorre a esta estratégia de aplicação.

Como já foi referido foi testada uma aplicação de bicamada, e os resultados obtidos encontram-se na Tabela 4.3.5, para tal só foram testadas as bolas de chocolate

uma vez que apresentam uma geometria mais adequada para aplicação no bombo de granjear. Os cereais utilizados foram as bolas de chocolate *Nesquick*, da marca *Nestlé*, que aparentemente apresentavam menos porosidade.

Tabela 4.3.5. Espessura dos cereais revestidos (E_{cr}), massa dos cereais revestidos (m_{cr}), espessura do revestimento (E_r) e massa do revestimento (m_r) dos diferentes ensaios dos cereais *Nesquick* revestidos com a bicamada (n=30)

Ensaio	E_{cr} /mm	m_{cr} /g	E_r /mm	m_r /g
1	12,74 ± 0,41	0,6948 ± 0,0614	2,437	0,5165

Relativamente às espessuras é possível afirmar que estes valores se encontram próximos dos valores obtidos nos ensaios realizados anteriormente com bolas de chocolate.



Figura 4.3.13. Bolas de chocolate *Nesquick* revestidas com uma bicamada.

Neste caso, os resultados obtidos encontram-se apresentados na Tabela 4.3.6 o período de tempo 1, 2 e 3 correspondem, respetivamente, a quatro dias, onze dias e vinte e nove dias em água. E como é possível observar não restou nenhum cereal para a análise da percentagem de *swelling* ou análise do texturómetro.

Tabela 4.3.6. Ensaio com o número de cereais inteiros ($int/10$), e com uma percentagem de *swelling* inferior a 10% (<10%) e inferior a 5% (<5%), em diferentes períodos de tempo dos cereais *Nesquick* revestidos com bicamada

Ensaio	t_1			t_2			t_3		
	<10%	<5%	$int/10$	<10%	<5%	$int/10$	<10%	<5%	$int/10$
1	0	0	0	0	0	0	0	0	0

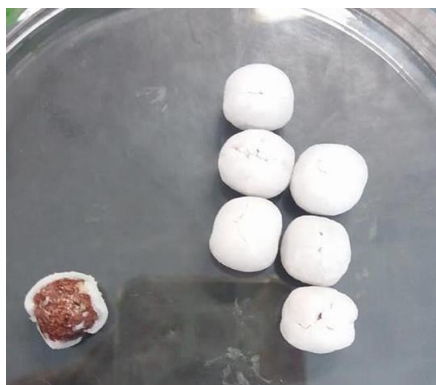


Figura 4.3.14. Cerais revestidos com a bicamada.

Mesmo não estando em água o revestimento quebra despega-se dos cereais (Figura 4.3.14). Existem diversas justificações possíveis para tal acontecer, uma delas é o tempo de secagem não ser suficiente para a evaporação do etanol não ser suficiente.

A diferença de temperaturas de aplicação dos dois revestimentos, uma vez que um é aplicado à temperatura ambiente, poderá ser um fator de influência neste resultado, embora não tenha sido possível encontrar referências que justifiquem esta possível influência. Acresce a isto o facto de não ter sido aplicado um emulsificante que permita criar uma ligação entre os dois tipos de revestimento, uma vez que o óleo de coco e a cera de abelha poderão não ter disponíveis ligações polares, apesar de a etilcelulose solubilizar bem na mistura óleo de coco e cera de abelha.

Apesar da etilcelulose ser insolúvel em água, pode ligar-se a ela. Este composto tem um potencial de ligação no hidrogénio com a água devido à diferença de polaridade do átomo de oxigénio com o grupo etilo. É importante também compreender a polaridade e a carga da etilcelulose assim como dos restantes componentes do revestimento de forma a compreender se estas propriedades poderão influenciar este acontecimento (Matuza, 2012).

4.3.1.1. Propriedades do revestimento

As propriedades do revestimento foram avaliadas para a formulação 1, uma vez que foi esta que apresentou melhores resultados comparativamente com as duas restantes formulações.

Humidade

Como já foi referido anteriormente, a humidade avalia a percentagem total de água num género alimentício, neste caso, no revestimento. Para o revestimento de cera de abelha e óleo de coco esta é de $0,0255 \% \pm 0,00988 \%$ (Tabela A.1.).

Este resultado vai de encontro com o esperado uma vez que ambos os constituintes deste revestimento são lípidos, por isso seria de esperar uma quantidade de água reduzida.

Atividade da água

A atividade de água obtida foi de $0,6290 \pm 0,0013$ (Tabela A.2.), que indica que poderá existir algum crescimento de bolores, assim como atividade enzimática que poderá levar à degradação do mesmo. É por isso importante existir uma esterilização prévia.

4.3.2. Formulação 2 – óleo de coco e cera de carnaúba

As espessuras do cereal, a espessura do revestimento, a massa de revestimento e os resultados do teste de *swelling* relativas às bolas de chocolate, marca Continente, encontram-se apresentados na Tabela 4.3.7.

Tabela 4.3.7. Espessura dos cereais revestidos (E_{cr}), massa dos cereais revestidos (m_{cr}), espessura do revestimento (E_r) e massa do revestimento (m_r) dos diferentes ensaios das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 2 (n=30)

Ensaio	E_{cr} /mm	m_{cr} /g	E_r /mm	m_r /g
1	$14,42 \pm 0,524$	$1,105 \pm 0,410$	3,309	0,8208
2	$14,27 \pm 0,490$	$1,051 \pm 0,108$	3,158	0,8743

O número de aplicações é o único parâmetro diferenciador, não sendo esta diferença muito notória aquando da comparação das espessuras e massas obtidas, o que poderá ser justificado pelas perdas existentes durante a aplicação. Quando comparada com os valores obtidos na formulação 1 é possível aferir que estes ensaios apresentam uma espessura relativamente maior. No entanto, analisando as imagens verifica-se que o Ensaio 1 permitiu obter uma superfície bastante mais uniforme, que poderá ser justificado por problemas na aplicação. A Figura 4.3.15 apresenta os cereais resultantes dos dois ensaios.

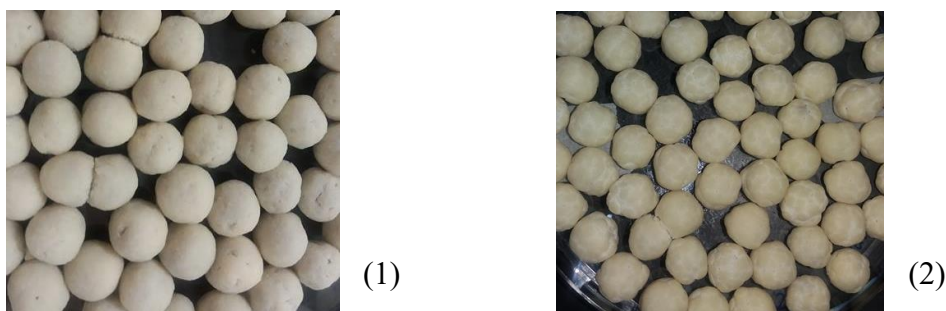


Figura 4.3.15. Imagens das bolas de chocolate do Ensaio 1 (1) e do Ensaio 2 (2) das bolas de chocolate marca Continte revestidas como formulação 2.

Para este tipo de revestimento também foi realizado o teste de *swelling* que se encontra apresentado na Tabela 4.3.8. e na Figura 4.3.16. O período de tempo 1 e 2 é comum para os dois ensaios, quatro e onze dias, respetivamente. O período de tempo 3 é de quarenta e sete dias para o Ensaio 1 e de sessenta e dois dias para o Ensaio 2.

Tabela 4.3.8. Ensaios com o número de cereais inteiros (*int/10*), e com uma percentagem de *swelling* inferior a 10% (<10%) e inferior a 5% (<5%), em diferentes períodos de tempo das bolas de chocolate marca Continte revestidos com a formulação 2

Ensaio	t ₁			t ₂			t ₃		
	<10%	<5%	<i>int</i> /10	<10%	<5%	<i>int</i> /10	<10%	<5%	<i>int</i> /10
1	6	1	10	0	0	9	0	0	5
2	0	0	0	0	0	0	0	0	0

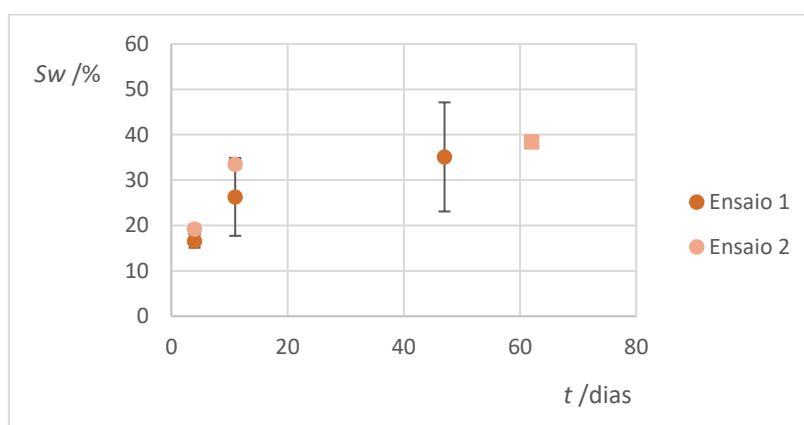


Figura 4.3.16. Percentagem de *swelling* (*Sw*) dos diferentes ensaios para diferentes períodos de tempo das bolas de chocolate marca Continte revestidos com a formulação 2.

Através da análise da tabela e do gráfico verifica-se que poucos foram os cereais que se mantiveram intactos, principalmente do Ensaio 2, o que justifica percentagens de *swelling* tão elevadas, indicando que este revestimento, com esta aplicação não permitiu

atingir o objetivo desejado. Nas imagens seguintes é possível observar os perfis de texturómetro, bem como uma compilação da dureza média.

Na Figura 4.3.17 são apresentados os perfis de texturómetro e a dureza média para o Ensaio 1.

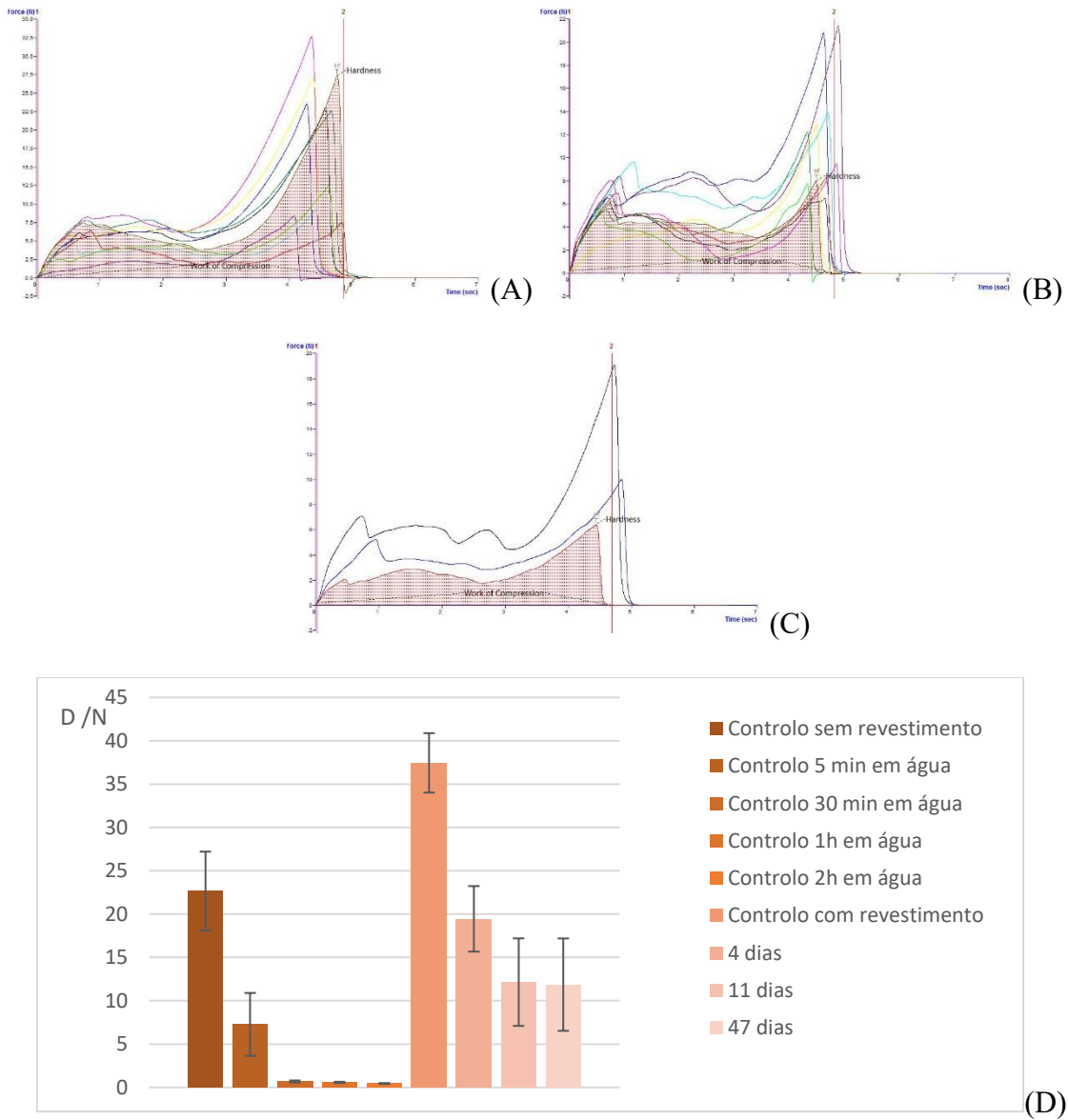


Figura 4.3.17. Perfis de compressão após quatro dias (A), após onze dias (B) e após quarenta e sete dias (C) em água, e as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (D) para o Ensaio 1 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 2.

Relativamente aos perfis de compressão é possível observar, na Figura 4.3.17 (B) e (C), que alguns cereais apresentam um perfil irregular com baixa amplitude que podem representar a existência de algumas zonas crocantes. As durezas médias apresentam

valores próximos do cereal sem revestimento, o que poderá ser justificado pela espessura elevada destes cereais que aumenta a resistência à compressão originando durezas superiores (Segnini 1999).

Para o Ensaio 2, o mesmo é apresentado na Figura 4.3.18.

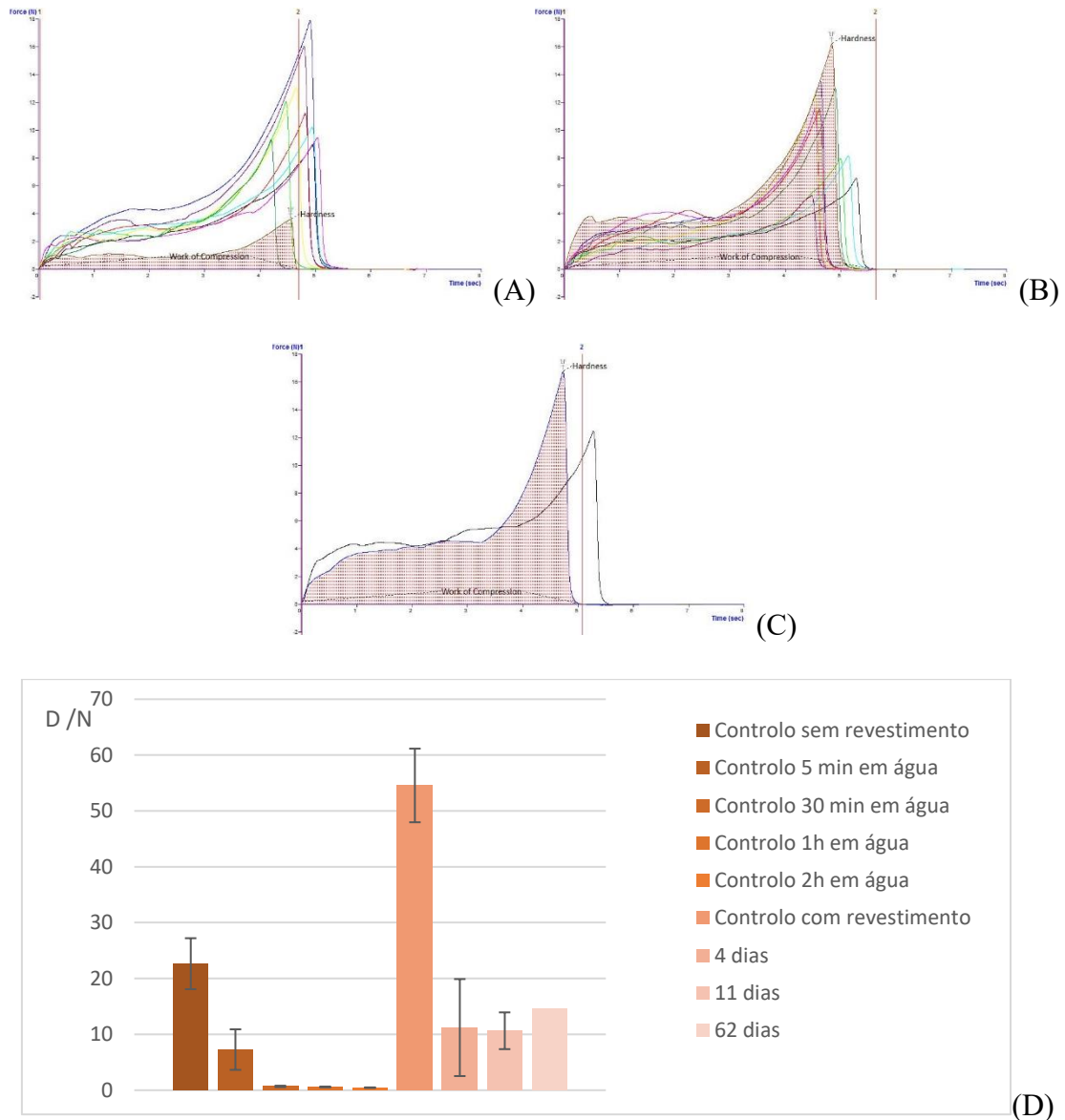


Figura 4.3.18. Perfis de compressão após quatro dias (A), onze dias (B) e sessenta e dois dias (C) em água, e as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (se $n < 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (D) para o Ensaio 2 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 2.

Neste caso em concreto, todos os perfis apresentados são de cereais húmidos, uma vez que neste ensaio existiam diversas fraturas nos cereais.

Assim, de uma forma geral, esta formulação quando aplicada nos cereais não parece ter o efeito desejado, que poderá ser justificado pela incapacidade do equipamento de atingir temperaturas mais elevadas, que provavelmente seriam necessárias devido à temperatura de fusão da cera, entre os 82,5 °C e 86 °C (Aguille-Joya, A. *et al.*, 2016). Isto não indica que a cera seja pouco hidrofóbica, necessita de ser estudado apenas uma melhoria no método de aplicação.

4.3.3. Formulação 3 – óleo de coco, cera de abelha e etilcelulose

Os resultados dos diversos testes físico-químicos realizados encontram-se apresentados nas tabelas e figuras seguintes.

Tabela 4.3.9. Espessura dos cereais revestidos (E_{cr}), massa dos cereais revestidos (m_{cr}), espessura do revestimento (E_r) e massa do revestimento (m_r) do ensaio das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 3 (n=30)

Ensaio	E_{cr} /mm	m_{cr} /g	E_r /mm	m_r /g
1	14,93 ± 0,46	1,162 ± 0,095	3,815	0,9319

Quando comparada com a formulação 1 é possível aferir que estes ensaios apresentam uma espessura relativamente maior. Analisando a imagem seguinte é possível observar que se obteve uma superfície bastante irregular.



Figura 4.3.19. Bolas de chocolate revestidas com a formulação 3.

Na Tabela 4.3.10 é possível observar que apenas no período de tempo 1, 4 dias, restaram alguns cereais passíveis de serem analisados.

Tabela 4.3.10. Ensaio com o número de cereais inteiros (*int/10*), e com uma percentagem de *swelling* inferior a 10% (<10%) e inferior a 5% (<5%), em diferentes períodos de tempo das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 3

Ensaio	t_1			t_2			t_3		
	<10%	<5%	<i>int</i> /10	<10%	<5%	<i>int</i> /10	<10%	<5%	<i>int</i> /10
1	0	0	7	0	0	0	0	0	1

A Figura 4.3.20 apresenta os resultados da percentagem de *swelling*.

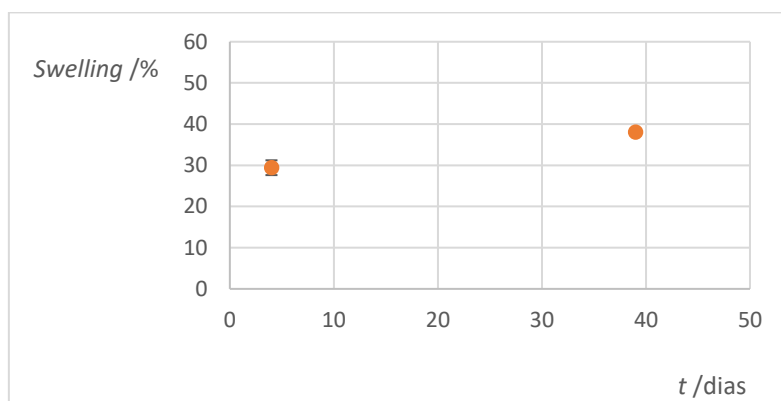


Figura 4.3.20. Percentagem de *swelling* para diferentes períodos de tempo do Ensaio 1 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 3.

Como é possível observar a percentagem de *swelling* é bastante elevada. Na Figura 4.3.21. é apresentado os perfis de compressão e a dureza média.

Claramente é possível observar que aplicação desta formulação não levou a bons resultados, justificado também e mais uma vez pela temperatura de aplicação, produzindo-se cereais bastante porosos.

No entanto, a utilização desta formulação com etilcelulose tem como vantagem a menor sensação de gordura (ao tato e ao paladar) que apresenta no resultado final.

É de notar que o controlo do cereal revestido com esta formulação é o que apresenta maior valor de dureza média quando comparado com as restantes formulações.

De uma forma geral, a formulação que apresentou melhores resultados foi a formulação 1 quando aplicada nas bolas de cereais, com a aplicação por aspersão. Dentro desta, o fator que pareceu ser mais condicionante foi a massa de cereais a revestir.

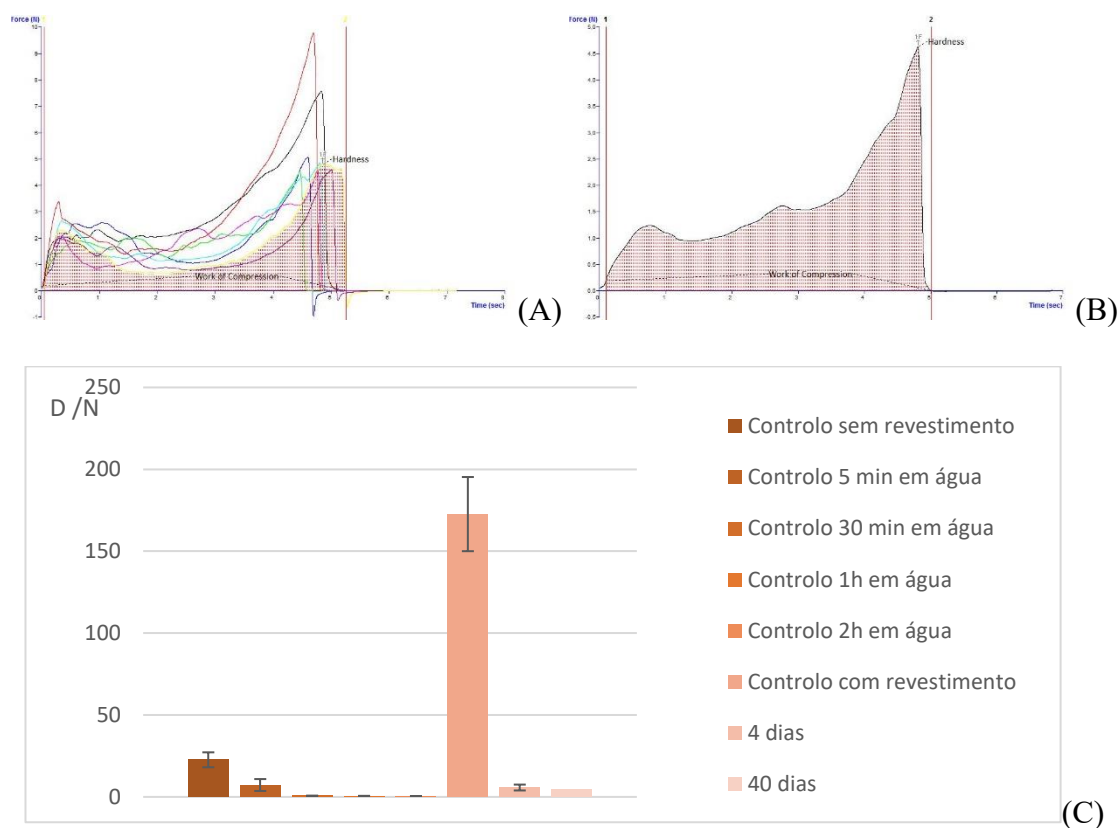


Figura 4.3.21. Perfis de compressão após quatro dias (A) e quarenta dias (B) em água e as durezas médias e o respetivo desvio-padrão (para $n \leq 2$ não se calcula este parâmetro) nos diferentes períodos de tempo, assim como do controlo (C) para o Ensaio 1 das bolas de chocolate marca Continente revestidos com a formulação 3.

4.4. Análises microbiológicas

Como já foi referido, foram realizadas análises microbiológicas à cera de abelha e ao óleo de coco individualmente, bem como à mistura destes.

Resultados do óleo de coco e da cera de abelha encontram-se apresentados na Tabela 4.4.1.

Tabela 4.4.1. Resultados das análises microbiológicas ao óleo de coco e cera de abelha

	Cera de abelha (1/(UFC/g))	Óleo de coco (1/(UFC/g))
Mesófilos totais	< 10	> 10 (150)
Fungos	< 100 (12,5)	< 100 (25)
Esporulados aeróbios 30°C	< 10	< 10
Esporulados aeróbios 55°C	< 10	< 10
Esporulados anaeróbios 30°C	< 10	< 10
Esporulados anaeróbios 55°C	< 10	< 10

Os resultados para a formulação 1, depois da esterilização, após 2 meses de armazenamento encontram-se apresentados na Tabela 4.4.2.

Tabela 4.4.2. Resultados das análises microbiológicas à formulação 1

	Formulação (1/(UFC/g))
Mesófilos totais	$1,20 \times 10^2$
Bolores	$9,33 \times 10^2$
Leveduras	0
Esporulados aeróbios 30°C	0
Esporulados aeróbios 55°C	0
Esporulados anaeróbios 30°C	0
Esporulados anaeróbios 55°C	0

De acordo com o regulamento N° 1441/2007, não são estabelecidos valores específicos para os mesófilos totais e para bolores. No entanto, poderão ser estabelecidos alguns valores guia se considerarmos que este género alimentício no grupo 1. Para este género alimentício ser considerado aceitável terá de ter valores de mesófilos totais entre 10^2 e 10^4 UFC/g e valores de bolores entre 10 e 10^2 UFC/g (Santos *et al*).

Analisando os valores da tabela verifica-se que este revestimento não respeita os valores-guia para considerar este produto aceitável. A contaminação poderá resultar do processo de produção do revestimento (contaminação externa ou por ineficiência do tratamento térmico aplicado nesta formulação), uma vez que as matérias-primas apresentam valores satisfatórios (Santos *et al*).

5. Conclusões

De acordo com os resultados obtidos, comparando com os objetivos inicialmente propostos, é possível concluir que se obteve um revestimento que é uma barreira efetiva contra a humidade. No entanto, diversos problemas surgem no método de aplicação, não se tendo conseguido obter uma superfície uniforme em todos os ensaios.

Analisando os parâmetros de operação, relativamente à quantidade de cereal a ser utilizada na aplicação é possível aferir que quantidades mais pequenas permitem obter uma superfície mais uniforme e com uma espessura menor. Ainda é possível concluir que o revestimento que obteve melhores resultados é a formulação 1, pelo que futuramente se deverão explorar variações desta.

Quanto à temperatura de aplicação, conclui-se que a 68 °C o revestimento adere melhor. Isto porque, no Ensaio 4, as bolas de chocolate da formulação 1 apresentam uma espessura menor do que o Ensaio 5, que tem as mesmas condições diferindo apenas na temperatura de aplicação (73 °C). Relativamente à quantidade de cera de abelha conclui-se que a percentagem de 23,1 % é a mais adequada.

A formulação 2 e 3, apesar de em testes previamente realizados (dados não fornecidos) apresentarem barreiras eficazes contra a humidade, no método por aspersão o mesmo não se verificou. A justificação para este facto é a incapacidade de o equipamento utilizado atingir a temperatura necessária para uma aplicação eficiente desta formulação.

No que diz respeito ao método de aplicação em cortina a temperatura de 62 °C e a geometria 4 apresentaram resultados mais satisfatórios.

Comparativamente, é possível concluir que o método de aplicação sob a forma de cortina é mais indicado para cereais e bolachas não esféricas, enquanto que o método de aplicação com o bombo de grangear é mais adequado para aplicação em produtos esféricos.

Claramente, após analisar os resultados obtidos, será necessário realizar melhorias ao processo antes de se ponderar a realização de testes à escala piloto. Uma dessas melhorias poderá ser a adição de um pó que permita evitar a agregação dos cereais, tal como acontece no processo de produção de pastilhas elásticas. Geralmente estas soluções são sais de cálcio, tal como gluconato de cálcio, lactato de cálcio, fosfato de cálcio, benzoato de cálcio, entre outros, sendo o gluconato de cálcio o mais utilizado (Greenberg, Barkalow e H. 1999).

Ainda, de acordo com os resultados obtidos, será necessário voltar a realizar testes com a quantidade de cereais inferior uma vez que com esta quantidade foram obtidos melhores resultados.

Por último, poderá ser necessário desenvolver novas formulações, uma vez que, apesar de algumas formulações resultarem bem com método de aplicação imersão, poderão não surtir os mesmos efeitos quando aplicadas com outro método. Assim, será importante testar as formulações com método de aplicação que será utilizado a nível industrial.

Bibliografia

11357-2, I. (1999). *Plastics Differential Scanning Calorimetry (DSC) - Part 2: Determination of glass transition temperature*.

100 % Chef, “Manual of Confi-kit ®” 2017.

Aluminum Extruders Council. (02 de 02 de 2017). Obtido de <http://www.aec.org/>

Aguille-Joya, A. *et al* “Edible Coatings and Films from Lipids , Waxes and Resins”. *Edible Food Packaging*, Cerqueira, M.; Pereira, R.; Ramos, O.; Teixeira, J. e Vicente, A.; 121-152, CRC Press, 2016.

Angell, C., Ngai, K., McKenna, G., McMillan, P., & Martin, S. (2000). Relaxation in glass forming liquids and amorphous solids. *Applied Physics Review*, 3157-3113.

Ayranci, E., & Tunc, S. (2004). The effect of edible coatings on water and vitamin C loss of apricots (*Armeniaca vulgaris Lam*) and green peppers (*Capsicum annum L.*). *Food Chemistry*, 339 - 342.

Baldwin, E. (1996). Improving storage life of cut apple and potato with edible coating . *Postharvest Biology and Technology*, 151-163.

Baker Parkins “Breakfast cereal” 2017. www.bakerperkins.com

Bear, M. e Baker Parkins. “Chapter 17: Manufacturing process” *Science Technology of enrobed and filled chocolate confectionary and bakery products*, Talbot, G., 362-396, CRC Press, 2009.

Beirão da Costa, S. (1998). *Conservação da Maça Bravo de Esmolfe por Aplicação de Filmes Edíveis*. Lisboa.

Boyd, J. e Sherman, P. “A study of force-compression conditions associated with the hardness evaluation in several foods” *Journal of texture studies*, 507-522, 1975.

Bourlieu, C., Guillard, V., Vallés-Parmies, B., Guilbert, S., & Gontard, N. (2009). Edible moisture barrier: How to assess of their potential and limits in food products shelf-life extension. *Food Science and Nutrition*, 474-499.

Comission, *Codex Alimentarius* “Code of hygienic practice of refrigerated packaged foods with extended shelf life”, 1999.

Comissão Europeia, “Regulamento (CE) N° 2073/2005 relativo a critérios microbiológicos aplicáveis aos géneros alimentícios” *Jornal Oficial da União Europeia*, 78-85, 2005.

Davidovich-Pinhas, M.; Barbut, S. e Marangoni, A. “Physical Structure and Thermal behaviour of ethylcellulose” *Cellulose*, Davidovich-Pinhas, M.; Barbut, S. e Marangoni, A., 3243-3255, 2014.

Decagon Devices “Measuring water activity of vegetable oils” www.decagon.com (02/06/2017).

Denoyell, L. “Coating process in food: a rational approach to the selection and development of a process” *Food Coating Expertise*, 2008

Dhall, R. (2012). Advances in edible coatings for fresh fruits and vegetables: A review. *Food Science and Nutrition*, 435-460.

FDA. (25 de 12 de 2016). Obtido de FDA: <http://www.fda.gov/>.

Filho, A. e Vasconcelos, M. “Produção alimentícia”, 2013.

Gallo, J., Debeaufort, F., Callegarin, F., & Voilley, A. (2000). Lipid hydrophobic physical state and distribution effects on the properties of emulsion-based edible films. *Journal of membrane science*, 37- 46.

Gant, L., & Burns, J. (1994). Applications of coatings. Em E. Baldwin, R. Hagenmaier, & J. Bai, *Edible Coatings and Films to Improve Food Quality*. Lancaster: CRC press.

Guidelines for assessing microbiological safety of ready-to-eat foods placed on the market. (20 de 02 de 2017). Obtido de HPA: http://www.hpa.org.uk/webc/HPAwebfile/HPAweb_C

Guilbert, S., Gontard, N., & Gor, L. G. (1996). Prolongation of the Shelf-Life of Perishable Food Products using Biodegradable Films and Coatings. *Food Science and Technology*, 10-17.

Harder, M., Canniatti-Brazaca, S., & Arthur, V. (2007). Avaliação quantitativa por colorímetro digital da cor do ovo de galinha poedeiras alimentados com urucum. *Revista Portuguesa de Ciências Veterinárias*, 563-564.

Harmensen, J. “Industrial process of scale-up process” *Elsevier*, 2013.

Hofberge, R. e Tanabe, N. “Chapter 29 – Chocolate and Cocoa” *Handbook of Food Products Manufacturing*, Hui, Y; Chandan, C.; Clarks, S.; Cross, N.; Dobbs, J. e Hurts, W.; 673-694, *Interscience*, 2007.

IUPAC, *Compendium of Chemical Terminology*. Oxford:Blackwell Scientific Publications, 1997

Kester, I. e Fennema, O. “Edible Films and Coatings: A Review” *Food Technology*, 47-49, 1986.

Koelsh, S. e Labuza, T. “Functional, physical and morphological properties of methylcellulose and fatty-acid based edible films”. *Lebenswissenschaften*, 404-411, 1992.

- Krochta, J., Baldwin, E., & Nisperos-Carriedo, M. (1994). *Edible coatings and films improve food quality*. Lancaster: CRC Press.
- Lee, J. (2003). Extending shelf-life of minimally processed apples with edible coatings and antibrowning agents. *Food Science and Technology*, 323-329.
- Morillon, V., Debeaufort, F., Blond, G., Capelle, M., & Volley, A. (2002). Factors affecting moisture permeability of lipid-based edible films: a review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 67-69.
- Murtaza, G. "Ethylcellulose microparticles: a review" *Polish Pharmaceutical Society*, 11-22, 2012.
- Olivas, G., & Barbosa-Cánovas, G. (2009). Edible Films and Coatings for Fruits and Vegetables. Em M. Embuscado, & K. Huber, *Edible films and coatings for food applications* (pp. 211- 244). USA: Springer Science and Business Media.
- Pavlath, A., & W., O. (2009). Edible films and coatings: why, what and how? Em M. Embuscado, & K. Huber, *Edible films and coatings for food applications*. Springer Science Eds.
- Pereira, D.; Correia, P. e Guiné, R. "Analysis of the physical-chemical and sensorial properties of manufacturing cookies" *Acta Chemical Slovaca*, 269-280, 2013.
- Pereira, D. (2012). *Estudo comparativo de bolacha maria de diferentes marcas*. Instituto Politécnico de Viana do Castelo.
- Piga, A.; Catzedu, P; Farris, S.; Roggio, T. e Scouro, E. "Texture evaluation of "Amaretti" cookies during storage" *European Food Research Technology*, 387-391, 2009.
- Pinheiro, A. (2014). *Material fornecido na Unidade Curricular de Biotecnologia Alimentar*. Universidade do Minho.
- Pinheiro, A., Cerqueira, M., Souza, B., Martins, J., Teixeira, J., & Vicente, A. (2010). Utilização de revestimentos/filmes edíveis para aplicações alimentares. *Boletim de biotecnologia*, 18-28.
- Rahman, H. "The Chemistry of Coconut Oil" *Faculty of Science*
- Rhim, J., & Shellhammer, T. (2005). Lipid-based edible films and coatings. Em H. H. J., *Innovations in food packing* (pp. 362-380). Elsevier Ltd Eds.
- Ribeiro, C., Vicente, A., Teixeira, A., & Miranda, C. (2007). Optimization of edible composition to retard strawberry fruit senescence. *Postharvest biology and technology*, 63 - 70.
- Santos, M.; Correia, C.; Cunha, I., Saraiva, M. e Novais, M. "Valores guia para avaliação da qualidade de alimentos prontos a comer".

- Scientific Fisher. www.fscimage.fishersci.com (23/06/2017).
- Shekhar, H., & Howlader, Z. K. (2017). *Exploring the Nutrition and health benefits of functional foods*. Bangladesh: IGI Global.
- Sonti, S. (2003). *Consumer Perception and Application of Edible Coatings on Fresh-Cut Fruit and Vegetables*.
- Stable Micro Systems “The texture analysis application directory” vol 6, 20-21, 2017.
- Talbot, G. “Minimization of moisture migration in food systems” *FIE*, 1994.
- Tanada-Palmu, P., & Grosso, C. (2005). Effect of edible wheat gluten-based films and coatings on refrigerated strawberry (*Fragaria ananassa*) quality. *Postharvest Biology and Technology*, 199-208.
- Turton, R. e Cheng, X. “The scale-up process of spray coating process of granular solids and tablets” *Powder technology*, 78-85, 2005.
- Vargas, M., Pastor, C., Chiralt, A., McClements, J., & González-Martinez, C. (2008). Recent Advances in Edible Coatings for fresh and Minimally Processes Fruits. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*.
- Water activity in foods*. (17 de 02 de 2017). Obtido de SafeFood 360: <http://safefood360.com/resources/Water-Activity.pdf>
- Wu, Y. (2002). Development and application of multicomponent edible coatings and films: A review. *Advances in Food and Nutrition Research*, 347-394.

Anexos

Tabela A.1. Medição do teor da humidade do revestimento óleo de coco e cera de abelha

	$m_{\text{cadinho}} / \text{g}$	$m_{\text{revestimento}} / \text{g}$	m / g	m_1 / g	m_2 / g	%
1	31,4319	5,0729	36,5048	36,4918	36,4906	0,038899
2	29,2179	5,0891	34,307	34,3002	34,2993	0,022444
3	29,6173	5,033	34,6503	34,6454	34,645	0,015296

Tabela A.2. Medição da atividade da água

Ensaio	a_w	$T / ^\circ\text{C}$
1	0,6308	23,03
2	0,6308	23,00
3	0,6276	23,04
Média	0,6297	
Desvio-padrão	0,0015	