

Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Departamento de Engenharia Química

Trabalho de Conclusão de Curso II
Relatório Final



**Estudo e Desenvolvimento de Vitamina de Iogurte e Frutas
Liofilizada**

Aluna:

Priscila Fujiwara Osako

no. USP 5946011

Professor Orientador:

Jorge Andrey Wilhelms Gut

RESUMO

A liofilização, técnica utilizada na conservação de produtos de alto valor agregado, é geralmente aplicada para sólidos. Neste trabalho, optou-se por desenvolver e estudar uma vitamina de frutas e iogurte liofilizada, cujos elementos são sensíveis ao calor e sua textura não é homogênea, tornando-a um alimento de difícil preservação por outras técnicas mais convencionais. A vitamina liofilizada apresentou vantagens no transporte e conservação, como grande perda de água e ambiente pouco favorável ao crescimento de microorganismos. Na comparação do produto liofilizado reidratado com uma amostra original, pode-se concluir que o alimento foi reconstituído sem perdas significativas, comprovando a aplicabilidade do processo na conservação de um alimento complexo.

Palavras-chave: liofilização, reidratação, iogurte, vitamina de frutas.

Abstract

Freeze drying, a technique more commonly applied to high costs products, is more frequently used in solid food preservation. In this paper, a smoothie made of fruits and yoghurt was developed and studied, chosen by its heat-sensitive elements and non-homogeneous texture, which would be very difficult to preserve by other more conventional techniques. The freeze-dried smoothie presented clear advantages in transportation and conservation, such as great weight loss and unlikely environment for microorganisms to grow. By comparison of the rehydrated freeze-dried smoothie and an original sample, it was possible to conclude that the product was reinstated without significant losses and that the process can be successfully applied to preserve complex food.

Palavras-chave: freeze drying, rehydration, smoothie, fruits, yoghurt.

Sumário

1.	INTRODUÇÃO	8
1.1.	Introdução Teórica	8
1.2.	Motivação	9
1.3.	Objetivo	9
1.4.	Cronograma	10
2.	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	11
2.1.	Princípios da Liofilização.....	11
2.1.1.	O Processo de Liofilização	11
2.1.2.	O Congelamento	11
2.1.3.	Sublimação (Primeira Secagem).....	12
2.1.4.	Segunda Secagem	12
2.2.	Vantagens e Desvantagens da Liofilização	13
2.3.	Equipamento - Liofilizador	15
3.	ATIVIDADES DESENVOLVIDAS.....	17
4.	MATERIAIS E MÉTODOS.....	19
4.1.	Ensaio Exploratório e Determinação do Objeto de Estudo.....	19
4.2.	Equipamentos	20
4.3.	Procedimento.....	21
4.3.1.	Preparo das amostras	21
4.3.2.	Congelamento.....	21
4.3.3.	Sublimação.....	22
4.3.4.	Finalização.....	22

4.3.5.	Reidratação	23
5.	RESULTADOS PARCIAIS E DISCUSSÃO	25
5.1.	Análises de sabor e aparência – testes de determinação do objeto de estudo	25
5.2.	Análise da perda de água e de massa	27
5.2.1.	Vitamina de frutas e iogurte desnatado	27
5.2.2.	Vitamina de Frutas e iogurte integral	27
5.3.	Análise de reidratação	27
5.4.	Análise de Viscosidade	32
5.5.	Medição do coeficiente de atividade da água	36
5.6.	Análise qualitativa por degustação – sabor, cor, aroma, textura e preferência.....	38
5.6.1.	Análise qualitativa 1	39
5.6.2.	Análise qualitativa por degustação 2	41
6.	CONCLUSÕES	43
7.	REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA.....	45

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 - Diagrama de fases para a água líquida. Na liofilização, o produto atravessa a linha de sublimação.

Figura 4.1 – liofilizador do LEA, vista frontal.

Figura 4.2 – liofilizador do LEA, vista traseira.

Figura 4.3 - Todas as amostras liofilizadas foram conservadas em um dessecador de sílica-gel.

Figura 5.1 - Resultado dos experimentos com (a) frutas diversas, (b) maçã, (c) milk-shake de creme e de chocolate, (d) vitamina de iogurte e frutas.

Figura 5.2 - Reidratação de frutas do tipo "murtilla berry" em água a 25°C. Fonte: [10]

Figura 5.3 – Fotos coletadas na durante a reidratação da vitamina de iogurte desnatado liofilizada, para (a) amostras iniciais, (b) imediatamente após adição de água, (c) 1 min, (d) 5 min, (e) 10 min, (f) 20 min, (g) 30 min e (h) 1 hora.

Figura 5.4 – Fotos coletadas durante a reidratação da vitamina de iogurte integral liofilizada, para (a) amostras iniciais, (b) imediatamente após adição de água, (c) 1 min, (d) 5 min, (e) 10 min, (f) 20 min, (g) 30 min e (h) 1 hora.

Figura 5.5 – Reômetro DV-III Brookfield Eng. Inc.

Figura 5.6 – Análise de viscosidade aparente da vitamina de iogurte integral.

Figura 5.7 – Análise de viscosidade aparente para vitamina de iogurte desnatado.

Figura 5.8 – Medidor de atividade da água aqualab. fonte: Decagon Devices inc., 2006 [12]

Figura 5.9 – Taxa de reação de fatores que degradam alimentos em relação à atividade da água. Fonte: Decagon Devices Inc., 2006 [12].

Figura 5.10 – Oito formulas diferentes foram testadas na primeira análise qualitativa por degustação.

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Vantagens e desvantagens do processo de liofilização frente a técnicas convencionais [8].

Tabela 4.1 - Ingredientes usados nos ensaios exploratórios.

Tabela 5.1 – Viscosidade aparente média para velocidade do spindle igual a 220 rpm.

Tabela 5.2 – Atividade da água para amostra liofilizadas de vitamina de iogurte.

Tabela 5.3 – Composição das amostras de vitamina de frutas e iogurte testadas.

Tabela 5.4 – Características das amostras apresentadas ao avaliadores.

1. INTRODUÇÃO

1.1. Introdução Teórica

A degradação dos alimentos é feita pela ação de microrganismos. O crescimento deles pode ser evitado pela diminuição da temperatura, inibindo sua atividade. Por isso, um dos modos de se conservar os alimentos é congelando-os e mantendo-os em baixas temperaturas.

Além da temperatura, os microrganismos necessitam de água para se desenvolverem. Logo, outro modo de preservar alimentos é através da secagem dos mesmos. O método mais convencional é feito a quente, no qual se eleva a temperatura do alimento até que umidade presente evapore, restando apenas uma quantidade aceitável, insuficiente para o desenvolvimento dos microrganismos. Essa técnica, porém, envolve a destruição de nutrientes e ainda implica na mudança de características sensoriais, como forma, cor e sabor.

Uma técnica mais recente (a partir da década de 50 [5]) e que vem ganhando espaço na indústria alimentícia é a liofilização. Ela é muito utilizada quando se deseja que as características originais do produto sejam preservadas, o que não se consegue com técnicas de secagem convencionais [7]. Na liofilização, há um efeito similar de conservação sem a necessidade de grande aquecimento do alimento e, dessa maneira, preservam-se as características naturais. Além disso, a liofilização apresenta vantagens se comparada ao congelamento, dado que o tempo de prateleira é maior [1] e os custos com transporte e armazenamento são substancialmente menores, afinal, o uso de câmaras frias é dispensado. Para a conservação de um produto liofilizado, basta uma embalagem adequada, sem a presença de oxigênio e que impeça que a umidade presente no ar reidrate o alimento.

A técnica de liofilização apresenta duas etapas principais. A primeira consiste no congelamento de modo que os cristais de gelo formem uma estrutura adequada. Pequenas porções de alimento podem ser congeladas rapidamente, de modo a produzir pequenos cristais de gelo e reduzir danos na sua estrutura [8]. É importante que essa etapa seja realizada a temperaturas baixas o suficiente para garantimos que

toda a água presente no alimento se encontre no estado sólido. O gelo formado é então sublimado na segunda parte do processo, em câmaras de vácuo conectadas a condensadores, dando lugar a poros, e mantendo o formato original do alimento. A porosidade ainda facilita a reidratação de produtos [2]. Durante essa etapa, o alimento também é levemente aquecido para retirada da água ligada, levando a umidade a valores abaixo de 2%, limite para que não haja desenvolvimento microbológico [1].

1.2. Motivação

O mercado de produtos liofilizados tem crescido nos últimos anos [12]. Os principais alimentos produzidos são sólidos, como frutas e refeições prontas. Com o objetivo de estudar a viabilidade de um novo produto no mercado, foi proposta a produção de bebidas liofilizadas para consumo instantâneo, para se reduzir gastos com transporte desnecessário de água. Durante a primeira etapa deste trabalho, foram testadas diversas bateladas para determinar o objeto de estudo.

Foi escolhida uma vitamina de frutas batida com iogurte, dado que ela é composta de ingredientes sensíveis ao calor, sendo, portanto inviável a secagem por meios convencionais.

1.3. Objetivo

Este trabalho tem como objetivo o desenvolvimento e estudo de um produto liofilizado para consumo instantâneo.

1.4. Cronograma

A no	Meses											
	2011				2012							
E tapa	set	out	nov	dez	jan	fev	ma r	abr	mai	jun	jul	ago
1												
2												
3												
4												
5												
6												
7												

1. Pesquisa bibliográfica;
2. Reconhecimento do laboratório e aprendizado do uso dos equipamentos;
3. Ensaio experimentais para determinação do objeto de estudo;
4. Estudo do processo de liofilização para o produto selecionado;
5. Análise de dados experimentais;
6. Teste qualitativo por degustação;
7. Preparação de relatórios e apresentação.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. Princípios da Liofilização

2.1.1. O Processo de Liofilização

A liofilização é uma técnica de secagem que não agride os alimentos como outras técnicas mais tradicionais como secagem a quente. Apesar de ser mais caro, o uso deste método é justificado quando o produto é muito sensível ao calor ou quando se deseja preservar características originais do alimento [7]. Um produto liofilizado torna-se ainda mais competitivo quando analisa-se sua praticidade no transporte e armazenamento, dado que o produto desidratado ocupa menos espaço, é mais leve [7], dispensa o uso de câmaras de refrigeração (pode ser armazenado a temperatura ambiente), desde que esteja adequadamente vedado em uma embalagem a vácuo para não absorver a umidade presente no ar e atmosfera livre de oxigênio. A produção de alimentos naturais sólidos, em que a aparência é muito importante, como no caso de snacks de frutas, normalmente é feita por este método. Neste caso, ele é preferível em relação a outros modos de secagem, pois o alimento não reduz drasticamente de tamanho e permanece com o sabor original.

Para produtos líquidos, como suco de frutas, a liofilização também é altamente recomendada, pois a formação de poros (resultado da sublimação do gelo presente no alimento congelado) permite rápida e praticamente completa reidratação, além de conservar características sensoriais originais [7].

2.1.2. O Congelamento

A primeira etapa da liofilização é o congelamento do produto. É necessário que o alimento a ser liofilizado seja submetido a temperaturas baixas o suficiente, de modo que toda a água presente esteja no estado sólido e abaixo do ponto triplo da água.

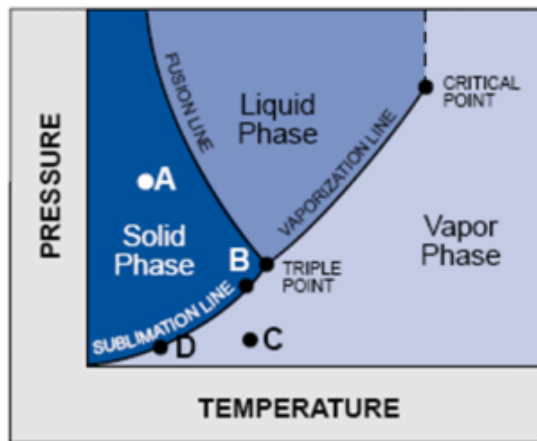


Figura 2.1: Diagrama de fases para a água líquida. Na liofilização, o produto atravessa a linha de sublimação

O modo como o congelamento acontece depende do produto com que se está trabalhando e da estrutura que se espera obter. Congelamentos rápidos implicam em cristais pequenos, e consequentemente, poros pequenos e numerosos. Já se o processo se der lentamente, os poros serão maiores, facilitando a saída do vapor d'água na segunda etapa da liofilização [2, 7 e 8].

2.1.3. Sublimação (Primeira Secagem)

A segunda etapa consiste em sublimar o gelo formado na etapa anterior. Para isso, o alimento é colocado em uma câmara, à qual é aplicado vácuo. Como o produto se encontra a uma temperatura abaixo do ponto triplo da água, a queda de pressão e aumento da temperatura para o valor ambiente faz com que parte da água evapore, sem passar pelo estado líquido [7]. Caso, por alguma falha do processo, ainda exista alguma quantidade de água residual no estado líquido, haverá a formação de bolhas e a aparência do produto será comprometida [1]. Nesta etapa, elimina-se cerca de 80% - 90% da umidade presente [1], umidade esta que é acumulada no condensador.

2.1.4. Segunda Secagem

A etapa de sublimação retira praticamente toda a água sólida presente no alimento. Porém, a umidade residual está na forma de água combinada, fortemente

ligada ao substrato. Ela representa uma parte significativa da umidade total do alimento, e portanto, deve ser retirada para que o produto final apresente valores abaixo de 2% de umidade, valor suficiente para que não haja atividade microbiana [1].

Isso é feito fornecendo calor lentamente para o alimento no liofilizador e mantendo o vácuo, de modo que a água ligada evapore. Como a pressão na câmara é baixa e o alimento continua abaixo do ponto triplo da água, a temperatura a qual o alimento deve ser submetido não precisa ser muito elevada. Dessa forma, os nutrientes não são destruídos e as características sensoriais também se mantêm.

2.2. Vantagens e Desvantagens da Liofilização

Há algumas desvantagens em relação ao método de liofilização para alimentos. O processo é muito mais caro do que métodos convencionais de secagem, tanto pelo investimento inicial, pois o equipamento apresenta custos elevados, quanto pelo custo de operação, dado que as câmaras frias para congelamento (primeira etapa) e as bombas de vácuo consomem muita energia. Porém, atrelado ao alto custo, está a alta qualidade do alimento produzido. O produto que se deseja conservar apresenta, no fim do processo, características que não seriam possíveis de serem alcançadas com outras técnicas.

A primeira vantagem da liofilização é a não restrição de produtos que podem passar por esse processo. Normalmente, alimentos sensíveis ao calor não apresentam resultados satisfatórios quando são secos por métodos tradicionais, pois o aquecimento a altas temperatura modifica o sabor, textura, formato e ainda destrói os nutrientes. Com a liofilização, essa restrição não é um empecilho dado que o processo acontece a baixas temperaturas [7]. Outro ponto positivo dessa técnica reside no transporte e armazenamento do produto. Não há necessidade de se tomar certos cuidados durante o transporte e armazenamento, como uso de câmaras frias, porém deve-se atentar às embalagens do produto, que devem garantir total isolamento do ambiente a fim de que o alimento não reabsorva umidade. Por causa da ausência de água, o alimento apresenta elevado tempo de prateleira [1], podendo durar até anos, ao contrário de alimentos congelados. A ausência de água ainda torna o produto mais

leve, barateando custos com transporte, e sendo uma boa solução para viagens longas, em que o peso transportado deve ser o menor possível, como é o caso de viagens espaciais [4]. Além disso, os alimentos secos por liofilização podem ser completamente reidratados de forma rápida e fácil pela simples adição de água, geralmente quente [7]. Essa observação deve ser levada em conta principalmente para a produção de refeições e bebidas instantâneas. Nestes casos, o alimento produzido, além de durar mais tempo, pode ser facilmente transportado em viagens devido ao baixo peso e condições de armazenamento, e ser preparado rapidamente pelo consumidor.

Um quadro comparativo entre a técnica de liofilização e técnicas convencionais de preservação de alimentos pode ser encontrado na Tabela 2.1.

Tabela 2.1 – Vantagens e desvantagens do processo de liofilização frente a técnicas convencionais [8].

Desidratação Convencional	Liofilização
Apropriada para alimentos de fácil desidratação (vegetais e grãos)	Aplicável para a maioria dos alimentos, mas limitada àqueles de difícil desidratação por outros métodos.
Geralmente mal-sucedida para carnes	Apropriada para carne cozida e crua
Faixa de temperatura: 37 - 93°C	Temperaturas abaixo do ponto de congelamento
Pressão atmosférica	Baixa pressão (27-133 Pa)
Evaporação da água contida na superfície	Sublimação da água congelada
Movimento de solutos e ocasional incrustação da superfície	Movimento de solutos mínimo
Compressão em alimentos sólidos provocam danos estruturais e encolhimento	Mínimas mudanças estruturais ou encolhimento.
Reidratação lenta e incompleta	Reidratação rápida e completa
Partículas sólidas ou porosas cuja densidade é maior à daquelas do alimento original frequentemente são encontradas	Partículas porosas possuem densidade menor do que à daquelas do alimento original.
Odor e sabor frequentemente diferentes do alimento original	Odor e sabor conservados
Coloração mais escura	Coloração conservada
Valor nutricional reduzido	Valor nutricional conservado quase

	totalmente
Baixos custos	Custos geralmente altos, variando até 4x os custos da desidratação convencional.

2.3. Equipamento - Liofilizador

O modelo de liofilizador mais comum é o que opera em batelada, e assim como qualquer outro, é composto basicamente de quatro partes: câmara de vácuo, bombas para manter o vácuo, sistema de refrigeração para coleta do vapor gerado durante a secagem e fonte de calor para vaporizar a água ligada.

A câmara de vácuo possui prateleiras, sobre as quais os alimentos ficam dispostos durante o processo, e um tubo que a conecta a uma bomba [1]. Esta, por sua vez, retira o ar do sistema, e provoca a queda de pressão, essencial para criar as condições necessárias à sublimação do gelo. Normalmente, a câmara de vácuo é dividida em duas através de uma válvula borboleta. Primeiro se faz vácuo no condensador, e só depois que o liofilizador é carregado, a válvula é aberta. Essa manobra diminui o tempo em que o alimento congelado fica a pressão atmosférica, e evita que o gelo derreta e comprometa o processo.

Ainda há um sistema de refrigeração acoplado ao liofilizador, que diminui a temperatura de placas metálicas, onde a água desprendida do alimento congela e fica retida no condensador. No fim do processo, água é recolhida através da abertura de uma válvula externa ao equipamento [7].

A última parte básica de um liofilizador consiste em um sistema de aquecimento que engloba a circulação de óleo quente pelas prateleiras onde o alimento é carregado. A temperatura do fluido não precisa ser muito elevada, dado que, a baixas pressões, a quantidade de energia que deve ser transferida ao gelo para que ele evapore é pequena [7]. O calor é necessário para remover a água ligada restante do processo de sublimação do gelo, e é essencial, pois representa cerca de 10% da umidade total do alimento, sendo portanto significativa na conservação do produto final.

Há outros tipos de liofilizador que operam em regime contínuo, de forma que o rendimento é maior, pois não há tempo morto para preparação do equipamento. Eles possuem o mesmo princípio de funcionamento, mas apresentam um custo mais elevado devido ao tamanho e complexidade mecânica [7].

3. ATIVIDADES DESENVOLVIDAS

O primeiro passo no desenvolvimento deste trabalho foi estudar o processo de liofilização e verificar a existência de estudos dessa técnica para alimentos líquidos, dado que eles são pouco usuais no mercado. Foram consultados diversos livros, ao longo de todo o desenvolvimento do Trabalho.

Após a aquisição de uma boa base dos princípios da técnica, começou-se a realizar ensaios para determinar o objeto de estudo. O primeiro teste foi feito com frutas, pois já era de conhecimento os resultados esperados, e o objetivo era apenas aprender a usar o equipamento e reconhecer falhas comuns no processo, como formação de espuma sobre o produto final. Foram liofilizadas fatias morango, banana, maçã e cenoura.

O segundo ensaio foi feito com uma fórmula de milk-shake de creme e outra de chocolate para verificar se o liofilizador disponível no laboratório seria capaz de absorver toda a água desprendida durante o processo para líquidos. O resultado foi positivo, e foi possível procurar pela melhor bebida a ser liofilizada. Decidiu-se por um alimento que apresentasse componentes sensíveis ao calor [8], dado que essas características são as que tornam a técnica válida.

O objeto de estudo então foi definido como uma vitamina de frutas batida com iogurte, usada no terceiro ensaio. Neste caso, foram coletados dados referentes à massa do produto para realização de cálculos de perda de água, e cuidados como rapidez entre as etapas de congelamento e sublimação, e o armazenamento das amostras no secador foram reforçados.

Como a liofilização de líquidos, sobretudo de um material viscoso e não-homogêneo como a vitamina de iogurte, é pouco usual, foi necessária uma nova pesquisa bibliográfica para determinar os testes que poderiam ser realizados com os equipamentos disponíveis no laboratório para a análise do produto. Assim, foram escolhidos as análises de perda de água [12], viscosidade aparente, reidratação [10] e testes qualitativos por degustação [9]. Decidiu-se que duas variações da composição da vitamina seriam testadas: uma com iogurte integral e outra com iogurte desnatado.

As frutas foram iguais para as duas versões. Estas foram as versões escolhidas por apresentarem as maiores diferenças no teste degustativo: variedades de fruta não foram percebidas pelos avaliadores, mas o tipo de iogurte influenciou a aparência, textura e sabor das amostras.

Assim como em etapas anteriores, calculou-se a perda de água. Escolheu-se analisar a viscosidade da vitamina original e três amostras com diferentes proporções de reidratação, para a fórmula com iogurte integral e desnatado. A reidratação, geralmente medida em sólidos por meio de pesagem ao longo do tempo, neste estudo foi analisada por meio da dispersão da amostra em água. Fotos foram coletadas ao longo do tempo, e comparadas ao final de uma hora. Por fim, um grupo de voluntários comparou aspectos qualitativos das amostras originais e reidratadas, como textura, aroma, cor, sabor e preferências gerais.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1. Ensaios Exploratórios e Determinação do Objeto de Estudo

Na primeira etapa deste trabalho, foram realizados ensaios exploratórios com frutas e verduras, alimentos cuja liofilização é sabidamente bem-sucedida, a fim de se familiarizar com o funcionamento dos equipamentos do laboratório, bem como estimar o tempo de operação do liofilizador. Optou-se por liofilizar fatias de diversas espessuras de maçã e banana, a fim de testar a capacidade de absorção de água.

Num segundo momento, optou-se por testar dois potenciais produtos líquidos: milk-shake e vitamina de frutas a base de iogurte. Os alimentos foram escolhidos pelo seu potencial comercial (não é comum encontrar estes alimentos em pó ou outra forma de preparo instantâneo) e por apresentarem características que não são preservadas em outras técnicas mais convencionais, como sua textura. A escolha e proporção entre os componentes de cada uma das amostras foram escolhidas livremente, buscando aquela mais agradável ao paladar.

Após a realização de alguns testes, tendo como principal fator o resultado sensorial, foi determinado que seria liofilizada uma vitamina de frutas batida com iogurte, cujos ingredientes seguem na Tabela 4.1. Como todos os componentes são sensíveis ao calor, o método mais indicado de conservação é a liofilização.

Tabela 4.2 - Ingredientes usados nos ensaios exploratórios

Ensaio	Ingredientes
Frutas	Maçã e banana fatiadas
Milk-Shake	Sorvete sabor chocolate e sabor creme Kibon Leite Integral Parmalat
Vitamina de iogurte	Kiwi Morango Suco natural de maçã Banana iogurte Dan-Up

4.2. Equipamentos

Para o preparo das amostras, foram utilizados faca, liquidificador e balança de uso doméstico. As amostras foram levadas em bolsas térmicas até o laboratório e colocadas em bandejas de alumínio. As bandejas foram resfriadas em um plasma freezer vertical modelo 349FV, fabricante Fanem, e foi colocado um termopar, a fim de se assegurar que as amostras tinham atingido temperatura baixa o suficiente. Uma vez congeladas, as bandejas são rapidamente transportadas para o liofilizador do laboratório de alimentos.



Figura 4.1 – liofilizador do LEA, vista frontal



Figura 4.2 – liofilizador do LEA, vista traseira

Uma vez fora do liofilizador, as amostras foram conservadas em um dessecador com sílica-gel.

Para a análise de perda de água e reidratação, optou-se por usar uma balança digital modelo S3102, Classe II, da BEL Engineering.

O ensaio de viscosidade aparente foi realizado com o reômetro de modelo DV-III Programmable Rheometer da marca Brookfield Engineering, Inc.

A atividade da água das amostras foi medida através do AquaLab Activity Meter, do fabricante Decagon Devices Inc.

Para os testes qualitativos por degustação, as amostras foram servidas em pequenos copos descartáveis brancos.

4.3. Procedimento

4.3.1. Preparo das amostras

Todas as frutas foram lavadas e descascadas. Nos ensaios exploratórios, as frutas foram cortadas em fatias de diferentes espessuras. Para o caso dos líquidos, todas as frutas foram picadas, pesadas e adicionadas ao liquidificador - com exceção do milk-shake e primeira vitamina de frutas, cujos ingredientes não foram pesados. Todos os líquidos foram mantidos em geladeira por uma noite, antes de serem levados ao freezer.

4.3.2. Congelamento

As amostras foram dispostas em bandejas de alumínio. Os líquidos foram despejados de modo a criar uma camada de até 1 cm de espessura. Antes de ser levado ao freezer, o conjunto bandeja e amostra foi pesado e foi instalado um termopar para verificar o completo congelamento da mistura. Após cerca de 4 h, mediu-se a temperatura da vitamina através do termopar (-27°C), indicando que o congelamento estava concluído.

4.3.3. Sublimação

Antes de carregar as prateleiras do liofilizador com o alimento, é preciso preparar o condensador, aplicando o vácuo e ligando a refrigeração. Para isso, foi necessário certificar que todas as válvulas estão fechadas, garantindo que o vácuo fosse efetivo. Primeiro, ligou-se a refrigeração para que a umidade do ar presente na câmara fosse absorvida, e certificou-se que o sistema não desligava automaticamente. Enquanto isso, deu-se início à formação do vácuo pelo acionamento das bombas de vácuo e abertura lenta da válvula por onde o ar era ejetado. Ao atingir-se a menor pressão de operação do liofilizador (-26 inHg), carregou-se as prateleiras com as amostras congeladas o mais rápido possível, a porta foi fechada, e lentamente fez-se a abertura da válvula borboleta que liga as duas câmaras de vácuo. Naquele momento, a pressão subiu e quase se igualou à atmosférica, mas declinou logo em seguida até atingir -26 inHg. Essa operação exige certos cuidados, pois qualquer ação errada pode prejudicar o equipamento. Todas as válvulas devem ser abertas lentamente para evitar altas variações de pressão, e ao mesmo tempo, deve-se evitar grandes tempos entre uma operação e outra para que o gelo não derreta e comprometa a sublimação.

7 horas pós o carregamento do liofilizador, a circulação de óleo quente entre as prateleiras foi ligada. Como dito anteriormente, isso deve ser feito para eliminar a água ligada presente no alimento. O sistema de aquecimento ficou ligado por 2 minutos, de modo que a temperatura do fluido se manteve por volta de 40°C. As bombas responsáveis pela circulação dele, porém, continuaram ligadas, garantindo o fornecimento de energia para o produto. A etapa de sublimação durou 20 horas.

4.3.4. Finalização

A retirada do produto seco foi feita da seguinte maneira: primeiro, fechou-se a válvula borboleta para isolar a câmara com o produto, desligou-se a refrigeração das placas, a circulação do óleo e a bomba de vácuo. A porta da frente, por onde as prateleiras são carregadas, foi destravada (é interessante notar que ela continuou fechada devido à pressão negativa no interior da câmara), abriu-se lentamente a válvula ligada à bomba de vácuo para normalizar a pressão dentro da primeira câmara,

e ainda quebrou-se o vácuo dentro da câmara que continha a vitamina, abrindo outra válvula, presente na parte dianteira do liofilizador. Como a pressão interna se igualou à atmosférica, a porta abriu “automaticamente”.

A amostra foi pesada para se verificar a quantidade de água perdida, e foi logo colocada em béqueres, no dessecador de sílica-gel para evitar que absorvesse umidade do ambiente.

4.3.5. Reidratação

Com as amostras de vitamina liofilizada em mãos, prosseguiu-se para a etapa de reidratação, a fim de determinar as características do produto reconstituído.

Neste trabalho, foram realizadas três variações de reidratação: 75%, 100% e 125%, sendo que 100% equivaleria a recolocar 100% da água perdida calculada durante o processo de liofilização. Para que o alimento não sofresse degradação, as amostras só foram reidratadas momentos antes dos ensaios.

Para a reidratação, foi usada água a 15°C. No caso das amostras líquidas, além da adição de água foi necessária agitação mecânica para que o produto resultante ficasse homogêneo.

Durante a primeira etapa do trabalho, alguns dias após a retirada da vitamina de iogurte do liofilizador, foi notada uma clara diferença em sua textura. No momento em que saíram do liofilizador, as amostras estavam bastante sólidas, chegando a parecer crocantes. Porém, após duas semanas sendo conservadas em um dessecador apenas com sílica-gel, notou-se que as amostras passaram a ser mais maleáveis, perdendo a rigidez inicial. Esta mudança de textura aconteceu apenas para a vitamina de iogurte, apesar de as demais amostras previamente liofilizadas, como milk-shake e frutas, ainda estarem tão rígidas como antes e compartilharem o mesmo dessecador.

Ao renovarmos o conteúdo de sílica-gel para um que fosse seguramente bastante absorvente de umidade, notou-se que as amostras voltaram ao estado de rigidez mais parecido com o momento em que saíram do liofilizador. Este fato só

confirma a necessidade de conservação em ambiente isolado, de preferência a vácuo, pois a vitamina é hidrofílica, mais do que os demais alimentos.



Figura 4.3 - Todas as amostras liofilizadas foram conservadas em um dessecador de sílica-gel.

5. RESULTADOS PARCIAIS E DISCUSSÃO

5.1. Análises de sabor e aparência – testes de determinação do objeto de estudo

Todos os testes realizados foram analisados levando-se em consideração aparência e sabor do produto. No primeiro contato com o liofilizador, frutas foram desidratadas (morango, banana e maçã), e o resultado foi satisfatório. O sabor característico das frutas ficou mais acentuado, e não houve mudanças significativas no formato dos pedaços. A maçã apresentou uma coloração mais amarelada devido à oxidação da fruta em contato com o ar. A banana foi a única fruta que apresentou a formação de espuma em sua superfície, provavelmente por causa da fusão de parte do gelo entre as etapas do congelamento e sublimação.

No segundo ensaio, houve a primeira tentativa com alimentos líquidos. Ele resultou em um bloco bastante poroso, e de fácil reidratação. Na Figura 5.1.a, percebe-se que a estrutura cristalina formada não foi homogênea. Provavelmente isso aconteceu devido à formação de bolhas na amostra antes dela ser congelada devido ao transporte entre laboratórios. O produto final foi dissolvido em água à temperatura ambiente, após alguns segundos de agitação, comprovando a facilidade de reconstituição dos produtos liofilizados.

O último teste foi realizado já com o objeto de estudo definido, a vitamina de frutas e iogurte (Figura 5.1.d). Para este ensaio, foram tomados maiores cuidados, e o resultado foi um bloco de liofilizado com distribuição aparentemente homogênea de poros, sem formação de espuma ou concentração local de cor ou sabor.



(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 5.1: resultado dos experimentos com (a) frutas diversas, (b) maçã, (c) milk-shake de creme e de chocolate, (d) vitamina de iogurte e frutas.

5.2. Análise da perda de água e de massa

O conjunto bandeja e amostra foi pesado antes e após o processo de liofilização.

5.2.1. Vitamina de frutas e iogurte desnatado

$$m_{\text{conjunto, inicial}} = 571,3 \text{ g}$$

$$m_{\text{conjunto, final}} = 354,1 \text{ g}$$

$$m_{\text{água perdida}} = m_{\text{conjunto, inicial}} - m_{\text{conjunto, final}} = 217,2 \text{ g}$$

$$\% \text{ perda de massa} = \frac{m_{\text{água perdida}}}{m_{\text{conjunto inicial}} - m_{\text{bandeja}}} = \frac{217,2}{571,3 - 296,5} = 79,0\%$$

5.2.2. Vitamina de Frutas e iogurte integral

$$m_{\text{conjunto, inicial}} = 485,8 \text{ g}$$

$$m_{\text{conjunto, final}} = 310,0 \text{ g}$$

$$m_{\text{água perdida}} = 175,8 \text{ g}$$

$$\% \text{ perda de massa} = \frac{m_{\text{água perdida}}}{m_{\text{conjunto inicial}} - m_{\text{bandeja}}} = \frac{175,8}{485,8 - 265,8} = 79,9\%$$

Para ambos os casos, a perda de massa foi de quase 80%. Nos cálculos posteriores, foi usada esta porcentagem como base para se chegar a 100% de reidratação, ou seja, voltar à massa inicial com a adição apenas de água.

5.3. Análise de reidratação

Em uma análise de reidratação usual [10], costuma-se submergir amostras do produto liofilizado sólido em um recipiente com água a temperatura ambiente por um certo período de tempo, retirando e pesando amostras em intervalos regulares. Esta é

uma técnica simples que é facilmente aplicada quando o produto liofilizado ainda se mantém íntegro, como nas frutas liofilizadas. A pesagem das amostras indica que a reabsorção de água acontece de maneira bastante rápida nos primeiros instantes do contato com a água e depois progride mais lentamente, até chegar a uma fração de umidade absorvida constante. Num estudo com cerejas do tipo “murtilla”, esta fração de umidade absorvida foi de aproximadamente 70% (representado por “X” no eixo das ordenadas da Figura 5.2), ou seja, abaixo da quantidade de água retirada durante o processo de liofilização (cerca de 90%).

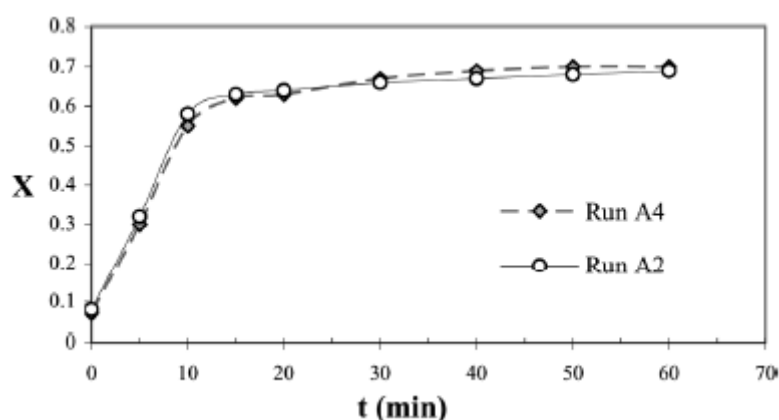


Figura 5.2 - Reidratação de frutas do tipo "murtilla berry" em água a 25°C. Fonte: [10]

No caso do objeto de estudo, esta análise não é viável, pois o produto reidratado é líquido. Assim, foi feita uma análise qualitativa da absorção de água, através da dispersão do material liofilizado. Duas amostras de cada uma das vitaminas liofilizadas (iogurte integral e iogurte desnatado) foram colocadas em placas de petri. As amostras possuíam formato circular, como aproximadamente 4 cm de diâmetro, 0,5 cm de espessura e 3g de massa de shake liofilizado. Uma das amostras serviu como referência e permaneceu sem adição de água. Na placa de petri que continha a outra amostra foi despejado 48g de água, ou seja, quatro vezes a quantidade de água absorvida durante o processo de liofilização. Água foi colocada em excesso para que sua presença não fosse fator limitante na análise. Logo após a adição de água na amostra, em $t=0$ min, foi coletada uma foto para registrar sua evolução no tempo. Uma nova foto foi coletada em $t = 1$ min, e prosseguiu-se com o registro fotográfico a cada 5 minutos, até completar $t=30$ min. Uma foto final foi coletada em $t = 1$ hora.

As imagens de “a” a “h” da Figura 5.3 ilustram os resultados obtidos para o shake de iogurte desnatado. A Figura 5.4 ilustra de “a” a “h” o experimento com o shake de iogurte integral.

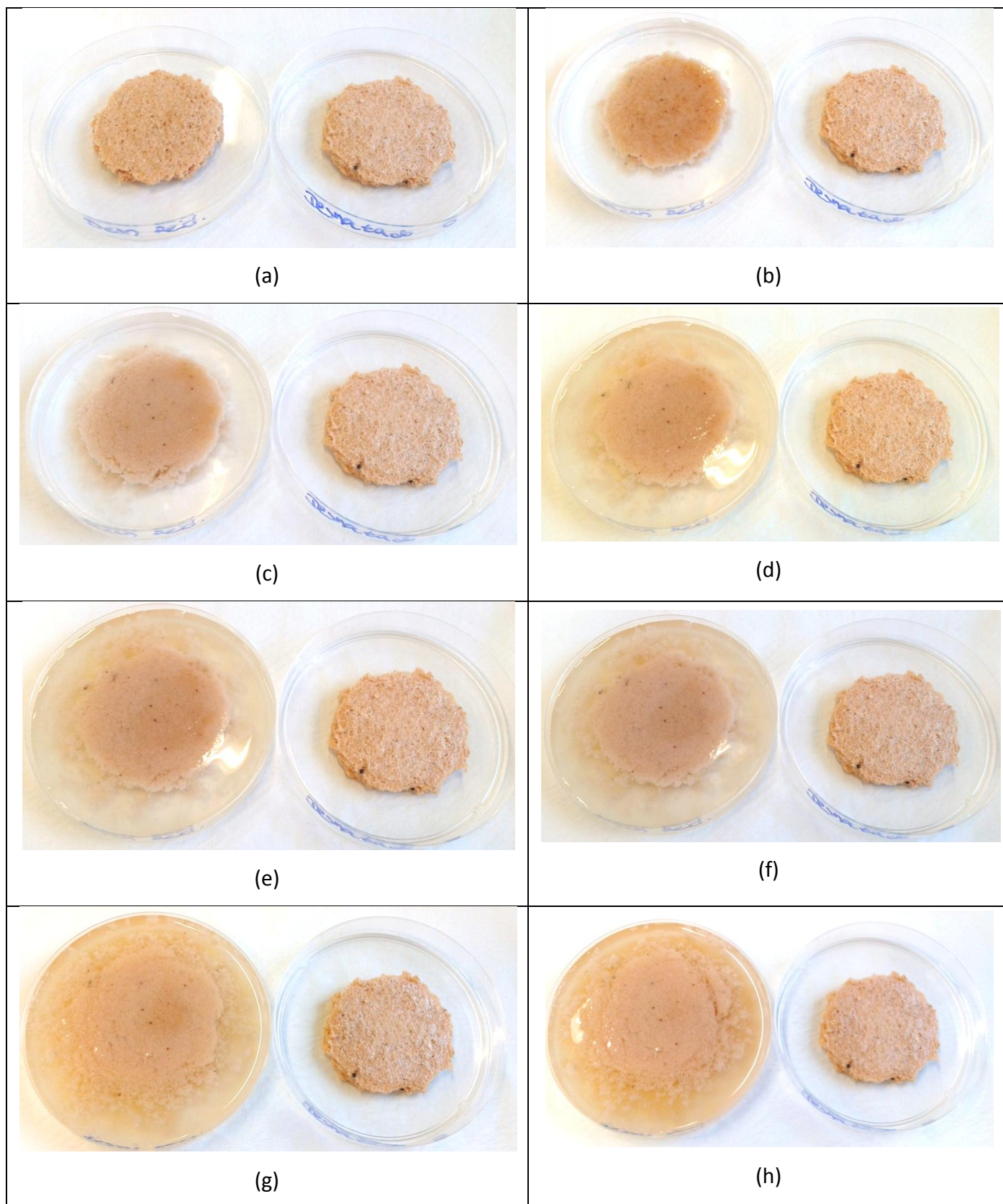


Figura 5.3 – Fotos coletadas na durante a reidratação da vitamina de iogurte desnatado liofilizada, para (a) amostras iniciais, (b) imediatamente após adição de água, (c) 1 min, (d) 5 min, (e) 10 min, (f) 20 min, (g) 30 min e (h) 1 hora.

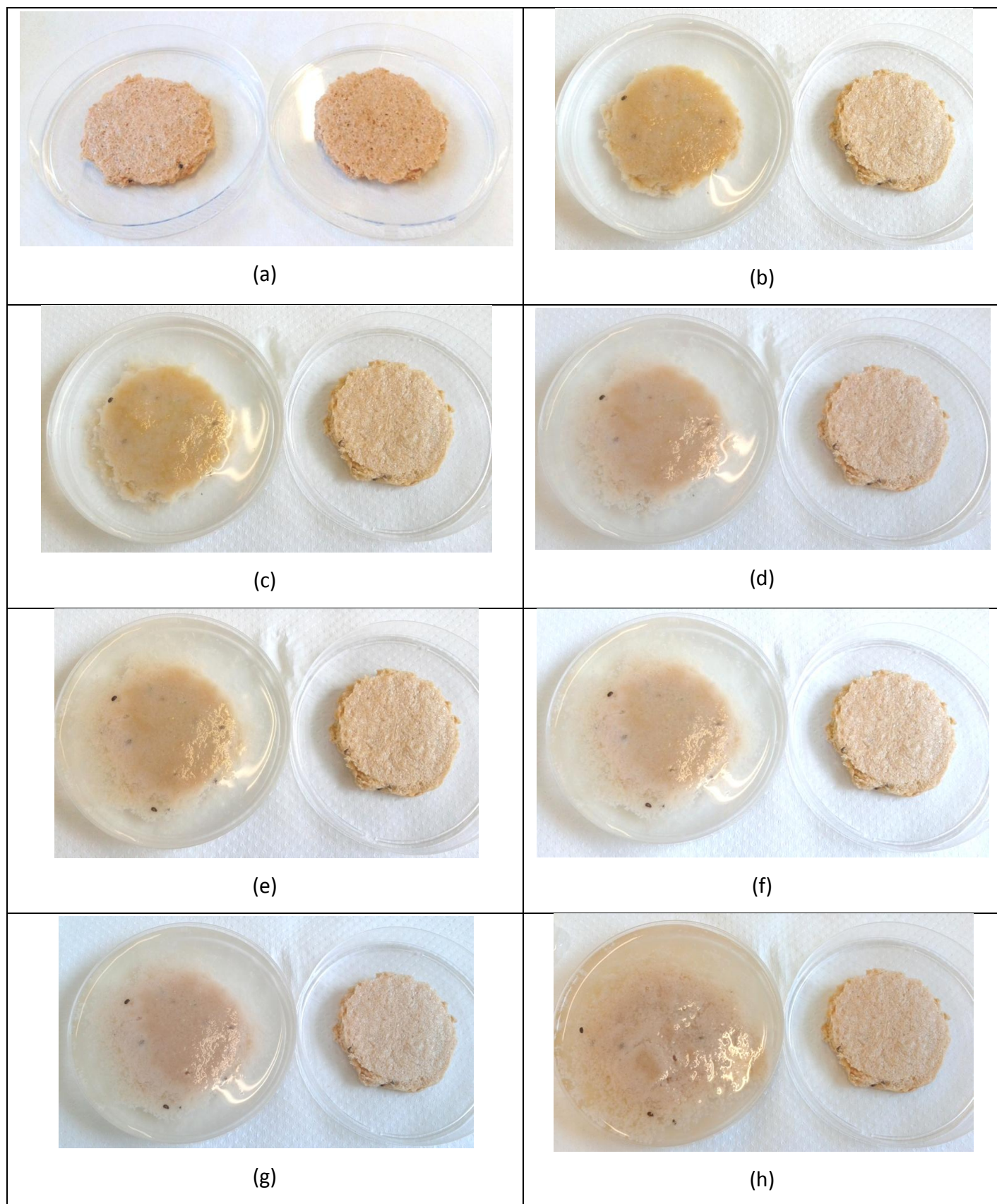


Figura 5.4 – Fotos coletadas durante a reidratação da vitamina de iogurte integral liofilizada, para (a) amostras iniciais, (b) imediatamente após adição de água, (c) 1 min, (d) 5 min, (e) 10 min, (f) 20 min, (g) 30 min e (h) 1 hora.

Para ambas as amostras, o resultado foi bastante similar: foi possível notar uma rápida absorção de água nos instantes iniciais, evidenciada pela rápida dispersão do shake liofilizado pela placa de petri. As mudanças mais significativas acontecem durante os primeiros 10 minutos. Durante o período $15 \text{ min} < t < 30 \text{ min}$, é possível notar que a vitamina continua se espalhando pela placa de petri, ainda que com intensidade menor do que durante o intervalo inicial. Não é possível notar grande diferença entre as fotos coletadas em $t = 30 \text{ min}$ e $t = 1\text{h}$, fato que sugere a ideia de que o sistema tenha entrado em equilíbrio e que a dispersão só intensificará após um longo período de tempo ou agitação mecânica.

Com esta breve análise, é possível concluir que o material liofilizado cujo produto reidratado é líquido possui comportamento na reidratação similar ao comportamento de um material liofilizado cujo produto reidratado é sólido: no período inicial ($t < 10 \text{ min}$) a absorção de água é rápida e intensa e até aproximadamente $t < 30 \text{ min}$ a reidratação prossegue lentamente. Porém, para períodos muito longos ($t > 1 \text{ hora}$), a reidratação de sólidos é significativamente diminuída [10], enquanto que para um material líquido, este conceito não pode mais ser aplicado, pois pode-se diluí-lo indefinidamente. Porém, por outras análises realizadas durante este projeto, concluiu-se que uma diluição maior que 125% de reidratação não é recomendada, pois o produto perde significativamente suas características originais, como textura.

5.4. Análise de Viscosidade

Com o auxílio do reômetro disponível no laboratório, modelo DV-III Programmable Rheometer da marca Brookfield Engineering, Inc., foi realizada a medição da viscosidade das amostras originais de vitamina de frutas de iogurte integral e desnatado e de amostras com três volumes diferentes de reidratação: adição de 75%, 100% e 125% da água retirada pelo processo de liofilização. Desta maneira, seria possível analisar se as amostras reidratadas possuem comportamento similar às fórmulas originais e a influência de hidratar acima ou abaixo da quantidade de água retirada (checar se esta variação prejudicaria consideravelmente o produto). Os

ensaios foram conduzidos com as amostras refrigeradas, numa temperatura adequada como sugestão de consumo, entre 15° e 17°C .



Figura 5.5 – Reômetro DV-III Brookfield Eng. Inc.

Num primeiro momento, foi necessário realizar alguns testes preliminares para aprendizagem do manuseio do reômetro e determinar as condições de operação dos ensaios. O primeiro ensaio realizado foi a determinação da faixa ideal de velocidade de rotação do spindle para as amostras. Conforme as recomendações do técnico do laboratório, o ideal é encontrar uma velocidade cuja porcentagem de torque obtida esteja dentro dos limites do aparelho e respeitando a faixa de velocidade de 1 a 250 rpm. Além da faixa de velocidade, foram testadas as combinações entre spindles e recipientes para testes disponíveis. Dentro destas especificações, ficou determinado que o spindle ideal para o teste é do tipo SC4-28, recipiente cujo conteúdo da amostra deve ser de aproximadamente 12 ml e que a faixa ideal de operação do reômetro está entre 140 a 250 rpm.

Foram realizados dois tipo de ensaio: no primeiro, todas as amostras foram submetidas à velocidade de 220 rpm e sua viscosidade foi medida dez vezes, uma a cada intervalo de 15 segundos. No segundo ensaio, variou-se a velocidade de rotação do spindle dentro da faixa pré-determinada, aumentando sua velocidade em 10 rpm a cada 15 segundos e, após alcançar a velocidade máxima de operação do aparelho, diminuiu-se a velocidade em 10 rpm no mesmo intervalo.

No Anexo A, encontram-se as tabelas obtidas durante o primeiro ensaio. Os resultados obtidos pela média entre os dados coletados durante o ensaio de velocidade constante de 220 rpm podem ser encontrados na Tabela 5.1.

Tabela 5.1 – Viscosidade aparente média para velocidade do spindle igual a 220 rpm

		Viscosidade aparente (cP)
Shake de frutas e iogurte integral	original	118.0
	75% reidratado	295.5
	100% reidratado	132.7
	125% reidratado	78.9
Shake de frutas e iogurte desnatado	original	211.8
	75% reidratado	586.6
	100% reidratado	261.8
	125% reidratado	112.3

É possível notar que a reidratação das amostras, parcial ou total, não alcança os resultados das amostras originais. As amostras nas quais a mesma quantidade de água retirada na absorção foi reintroduzida (100% de reidratação) são as amostras cujos resultados mais se aproximam das amostras originais, mas apresentam viscosidade ligeiramente maiores que àquela das amostras originais. Pode-se atribuir a diferença a duas principais causas: é possível que o dessecador de sílica-gel, usado na conservação das amostras, tenha absorvido certa quantidade de água residual, tornando o cálculo de reidratação diferente; também é possível atribuir divergências nas leituras devido a limitações do próprio reômetro. A vitamina de frutas é um líquido não homogêneo, no qual pequenos pedaços, como as sementes do kiwi, podem ter atrapalhado na leitura.

No Anexo B, é possível encontrar as tabelas obtidas pelo ensaio de leitura de viscosidade com variação de velocidade de rotação do spindle. Comparando-se as amostras originais e reidratadas, foram obtidos os gráficos das Figuras 5.6 e 5.7.

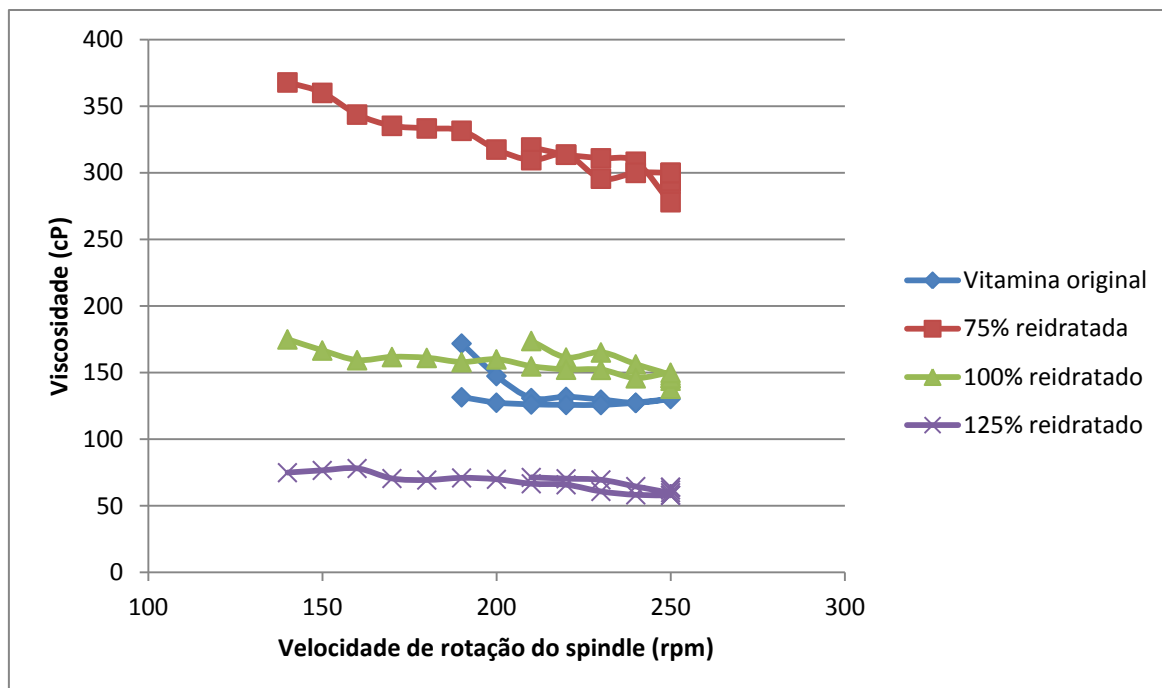


Figura 5.6 – Análise de viscosidade aparente da vitamina de iogurte integral

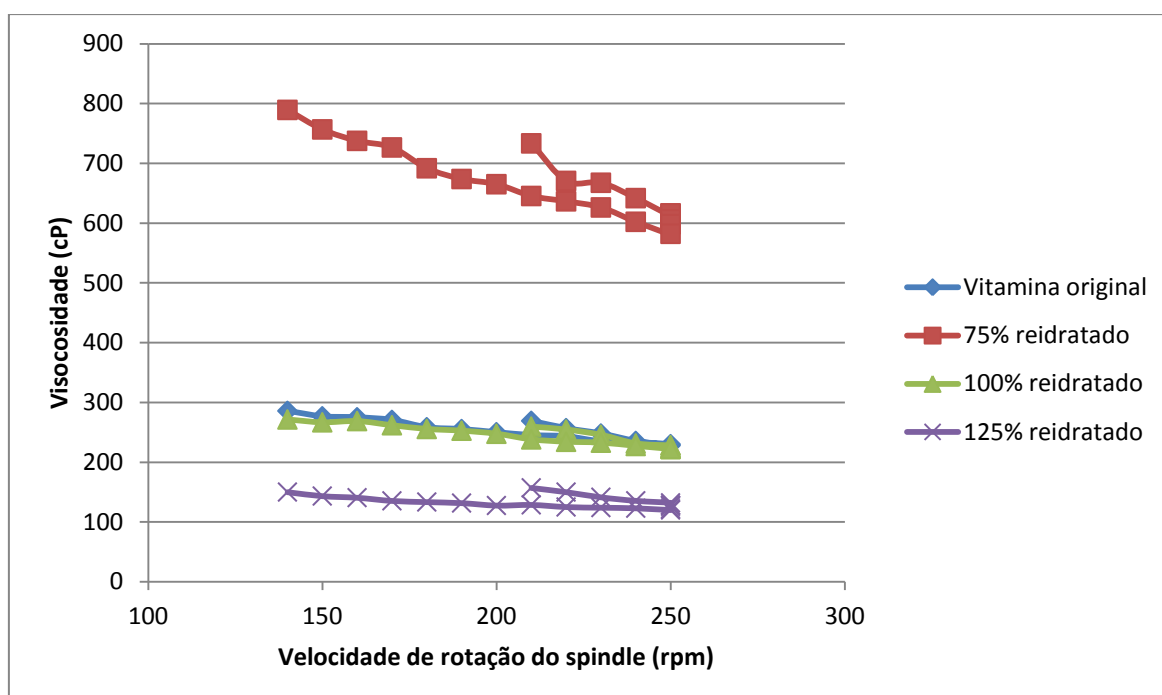


Figura 5.7 – Análise de viscosidade aparente para vitamina de iogurte desnatado

Como era previsto, a amostra com 100% de reidratação é aquela cuja viscosidade mais se aproxima da amostra original. No caso do iogurte desnatado, o comportamento da amostra 100% reidratada e o comportamento da amostra original são bastante similares, comprovando que a reidratação foi realizada sem perdas das

características originais. Foi possível notar também que amostras abaixo do volume de reidratação apresentam uma viscosidade bastante acima do restante das amostras, bem como uma curva cuja inclinação é maior do que a das outras.

5.5. Medição do coeficiente de atividade da água

Um dos métodos mais antigos usados pela humanidade na preservação de alimentos está relacionado à redução da atividade da água nele presente. Controlando a água contida em um produto, por algum método de secagem ou imobilizando-a quimicamente ou estruturalmente através da adição de sal ou açúcar, torna-se possível preservar o alimento ao restringir água livre para o crescimento de microorganismos deterioradores ou patogênicos. Assim, determinar a quantidade de água disponível é importante no controle de qualidade de um alimento.

Uma das maneiras de analisar a água presente no alimento é determinar a atividade da água (a_w). A atividade da água pode ser interpretada pela equação:

$$a_w = p/p_o = \text{ERH (\%)} / 100$$

Em que:

p = pressão de vapor presente numa amostra,

p_o = pressão de vapor da água pura à mesma temperatura e

ERH = *Equilibrium Relative Humidity*.

Assim, como descrito na equação acima, a atividade da água é uma razão entre pressões de vapor, e por isso é uma variável adimensional. Ela varia de 0.0, para material completamente livre de água, a 1.0 para a água pura.



Figura 5.8 – Medidor de atividade da água aqualab. fonte: decagon devices inc., 2006 [12]

Para os liofilizados da vitamina de iogurte, o ensaio de atividade da água foi realizado com o aparelho AquaLab Activity Meter, ilustrado na Figura 5.8. Três amostras de aproximadamente 7,5 mL de cada um dos liofilizados (a partir de iogurte integral e de iogurte desnatado) foi colocada em um recipiente próprio e introduzida no leitor de atividade da água. Os dados coletados estão apresentados na Tabela 5.2.

Tabela 5.2 – atividade da água para amostra liofilizadas de vitamina de iogurte

	Vitamina de frutas e iogurte integral	Vitamina de frutas e iogurte desnatado
Amostra 1	0,360	0,376
Amostra 2	0,362	0,382
Amostra 3	0,368	0,387
a_w médio	0,363	0,382
Desvio padrão	0,004	0,005

O fabricante do medidor de atividade de água fornece em seu manual de instruções o gráfico da Figura 5.9, que ilustra a correlação entre atividade da água e fatores que podem influenciar na degradação dos alimentos.

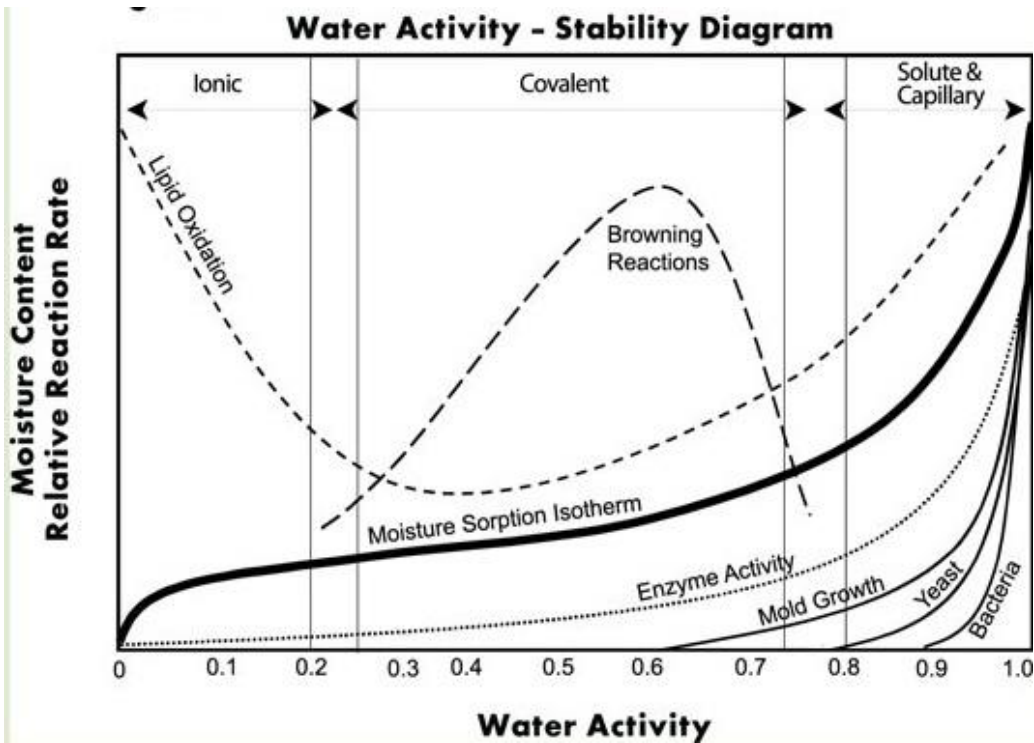


Figura 5.9 – taxa de reação de fatores que degradam alimentos em relação à atividade da água. fonte: decagon devices Inc., 2006 [12].

Organismos como mofo só passam a se multiplicar para valores acima de atividade de água acima de 0,6. Assim, como todas as amostras de vitamina liofilizadas possuem valores mais baixos que 0,4, pode-se afirmar a água residual é insuficiente para o crescimento de microorganismos.

Outro ponto que é interessante mencionar é o fato de que a leitura da atividade da água apresentou resultados crescentes ao longo do tempo. Isso pode ter ocorrido porque durante o manuseio das amostras, elas estavam expostas ao ambiente e podem ter absorvido umidade do ar, ainda que por um curto período de tempo. Logo, é possível afirmar que os shakes de iogurte liofilizados são extremamente hidrofílicos e requerem embalagens especiais completamente ausentes de umidade para a sua conservação.

5.6. Análise qualitativa por degustação – sabor, cor, aroma, textura e preferência

Ao longo do trabalho, foram realizadas duas análises qualitativas por degustação: a primeira como um estudo de quais elementos são relevantes segundo as preferências do grupo de voluntários e a segunda como comparação de resultados. O método e resultados obtidos estão descritos abaixo.



Figura 5.10 – Oito formulas diferentes foram testadas na primeira análise qualitativa por degustação.

5.6.1. Análise qualitativa 1

Na primeira etapa do trabalho, o objeto de estudo escolhido era a vitamina de iogurte, mas, como se tratavam de ensaios exploratórios, a sua composição havia sido elaborada livremente, sem pesar com precisão os ingredientes ou testar a influência do tipo das frutas. Assim, para a segunda etapa do trabalho, foram elaboradas oito composições diferentes, conforme Tabela 5.6.

Tabela 5.3 – composição das amostras de vitamina de frutas e iogurte testadas

Amostra	Morango	Kiwi	Maçã	Maçã	Banana	Banana	logurte	logurte
	Nacional	Importado	Fuji	Gala	Prata	Maçã	Integral	Desnatado
	(30g)	(40g)	(70g)	(70g)	(40g)	(40g)	(80g)	(80g)
1	x	x	x		x		x	
2	x	x	x		x			x
3	x	x	x			x	x	
4	x	x	x			x		x
5	x	x		x	x		x	
6	x	x		x	x			x
7	x	x		x		x	x	
8	x	x		x		x		x

Os elementos foram escolhidos de acordo com a composição estudada durante a primeira etapa deste trabalho e a sua disponibilidade no mercado durante o mesmo período. As amostras passaram pelo mesmo processo de liofilização descrito em item anterior (“4. Materiais e Métodos”).

Para a realização do teste de análise qualitativa, todas as amostras foram reidratadas. Amostras de aproximadamente 3 g foram colocadas em copos descartáveis para a adição de água. Baseando-se na quantidade média de água perdida durante a liofilização (aproximadamente 80%), estabeleceu-se colocar o equivalente a quatro vezes o peso da amostra em água, a fim de que no final, o produto liofilizado representasse 20% em massa do produto reidratado.

Um grupo de seis estudantes, tanto do sexo masculino como do feminino e de idade entre 20 e 24 anos foram escolhidos como avaliadores para a análise por

degustação. Dentre as 8 possíveis amostras da Tabela X, 4 amostras escolhidas aleatoriamente foram servidas em pequenos copos descartáveis para cada um dos integrantes do grupo. Foi solicitado a cada um que comparassem as amostras segundo as seguintes características:

- aparência: cor, similaridade com um produto fresco
- sabor: doçura, acidez, similaridade com um produto fresco
- aroma
- textura
- preferência

Pelas opiniões do grupo, foi possível determinar que:

- A aparência, aroma, cor e sabor da vitamina liofilizada reidratada se aproximavam bastante de uma vitamina que não tenha passado pela liofilização e reidratação.
- Em termos de aparência, a preferida pelos entrevistados era a que possuía a coloração rosada mais intensa, a amostra de número 7.
- A textura era bastante semelhante à de um produto fresco; porém, algumas amostras pareciam mais viscosas do que outras. Esta diferença era maior em amostras de iogurte integral quando comparadas a amostras de iogurte desnatado.
- Foi detectada maior doçura quando banana maçã fazia parte da composição.
- A diferença no tipo da maçã não foi notada pelo grupo.

Assim, fez-se necessário investigar mais a fundo as influências decorrentes do tipo do iogurte (desnatado ou integral). Seguindo a preferência do grupo de entrevistados, descartou-se a possibilidade de uma amostra com banana prata. Escolheu-se maçã gala, livremente. Portanto, nos estudos seguintes, as amostras 7 e 8 serviram como objetos de estudo.

5.6.2. Análise qualitativa por degustação 2

Numa segunda etapa, já com as duas fórmulas principais definidas, procurou-se investigar a sua similaridade com o produto fresco e a reidratação ideal. As amostras foram elaboradas segundo a Tabela 5.7.

Tabela 5.7 – características das amostras apresentadas ao avaliadores

Amostra	Composição	Fresco ou Reidratado?	Porcentagem de reidratação
A	7 – iogurte integral	fresco	N/A
B	7 – iogurte integral	reidratado	80%
C	7 – iogurte integral	reidratado	100%
D	7 – iogurte integral	reidratado	120%
E	8 – iogurte desnatado	fresco	N/A
F	8 – iogurte desnatado	reidratado	80%
G	8 – iogurte desnatado	reidratado	100%
H	8 – iogurte desnatado	reidratado	120%

Para o cálculo da reidratação, foi assumido como hipótese que todas as amostras haviam perdido cerca de 80% do total de massa em água durante a liofilização.

O grupo de seis estudantes foi reconvocado para testar as amostras, cada uma de aproximadamente 20 mL. As amostras foram servidas em copos plásticos descartáveis com uma pequena espátula.

Os mesmos elementos comparativos foram solicitados. As impressões gerais foram:

- As amostras cuja reidratação estava diferente dos 100% calculados foram reprovadas. As amostras B e F foram consideradas demasiadamente viscosas e perderam sua propriedade de shake de frutas por necessitarem de uma espátula para o seu consumo. As amostras D e H foram reprovadas por estarem excessivamente líquidas e não atenderem à expectativa de um fluido viscoso, como uma vitamina de frutas normalmente é.

- Apesar de bastante similares, nenhuma amostra teve textura considerada exatamente igual.
- Aspectos como cor, aroma e características gerais da aparência foram preservados em todas as amostras, pois todas foram avaliadas como produtos caseiros, ou seja, produtos que não pareciam ter passado por um processo industrial.
- Comparando apenas os produtos reidratados, foi de preferência do grupo a amostra G, 100% reidratado de vitamina de iogurte desnatado.

6. CONCLUSÕES

Durante a primeira etapa do Trabalho, foram feitos testes para determinação do objeto de estudo. Havia o receio de que o liofilizador disponível no laboratório não fosse capaz de absorver toda a umidade presente no produto, e que isso inviabilizasse testes para bebidas. Porém, o resultado se mostrou satisfatório. Após a verificação desse fato (através do segundo ensaio, feito com milk-shake), testou-se a possibilidade de liofilizar uma vitamina de frutas batida com iogurte, dado que ela possui componentes sensíveis de calor. Para um produto cujo ingrediente é iogurte, é de grande interesse que a técnica não destrua vitaminas e bactérias presentes em sua composição.

Os ensaios com frutas e milk-shake apresentaram resultados positivos no que se refere a pontos sensoriais. Mesmo com o aquecimento, tanto a aparência quanto o sabor se mantiveram parecidos com os originais, comprovando a eficiência da liofilização como método de secagem para componentes sensíveis. A quantidade de água retirada foi bastante satisfatória, pois houve uma perda de massa de quase 80%.

Após um teste qualitativo de degustação, foi determinado que os avaliadores eram pouco sensíveis à variações do tipo de frutas usados na composição das vitaminas, mas que o tipo de iogurte – integral ou liofilizado – era sensível. Assim, para a segunda parte do trabalho, as amostras estudadas eram de vitaminas de mesma composição, mas que diferiam no tipo de iogurte.

Para estes dois objetos de estudo, foram realizados os ensaios de estudo de reidratação, análise da viscosidade aparente, medição da atividade da água e um novo teste qualitativo por degustação.

Segundo o estudo das imagens das amostras reidratadas ao longo de um certo período de tempo, pode-se perceber que as vitaminas de iogurte absorvem água com facilidade, sem que haja a necessidade de adição de calor para promover a reidratação completa. Basta um pouco de agitação para tornar o produto homogêneo.

No ensaio de viscosidade, coletaram-se os dados para as vitaminas originais e para as vitaminas liofilizadas reidratadas a 75%, 100% e 125%. Foi possível observar que reidratação abaixo ou acima dos 100% calculados apresentam comportamento

bastante distante das amostras originais. 100% de reidratação apresenta textura bastante similar à das amostras originais, destacando-se a vitamina de iogurte desnatado, no qual a amostra reidratada apresentou uma curva quase idêntica à da amostra original.

O ensaio de atividade da água para os produtos liofilizados apresentou resultados bastante satisfatórios. Os valores encontrados (abaixo de 0,400) se encontram abaixo do requerido para o desenvolvimento de mofo (0,600), o que pode proporcionar grande vida de prateleira. Através deste ensaio, pode-se perceber também o quanto uma embalagem selada a vácuo é imprescindível, pois após poucos segundos de exposição ao ambiente, as amostras já apresentavam que haviam absorvido água presente na atmosfera, fato comprovado pelo crescente valor encontrado para a atividade da água a cada medida.

Neste estudo, pode-se concluir que o desenvolvimento do produto vitamina de frutas e iogurte liofilizada foi realizado com sucesso. A melhor fórmula determinada no primeiro teste qualitativo apresentou bons resultados em termos de conservação, através da análise de atividade da água; pela análise de viscosidade, foi possível notar que a fórmula que continha iogurte desnatado se assemelha em muito à fórmula original. O segundo teste qualitativo reforçou esta qualidade, além de comprovar que para um consumidor final, o alimento liofilizado foi apresentado sem perdas significativas das características do produto.

Como continuação deste trabalho, sugere-se uma análise econômica do processo, um estudo de atividade biológica do produto liofilizado e após reidratação e uma análise sensorial comparando as vitaminas liofilizadas e reidratadas.

7. REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

1. CHARM, S.E. The Fundamentals of Food Engineering. 2nd ed. Westport: Avi, 1971
2. KING, C.J. Freeze-drying of foods. London: Butterworths, 1971
3. TOLEDO, R.T. Fundamentals of food process engineering. 2nd ed. New York: KA/PP, 1991
4. VENIR, E.; DEL TORRE, M.; STECCHINI, M. L.; MALTINI, E.; DI NARDO, P. Preparation of freeze-dried yoghurt as a space food. Journal of Food Engineering 80 (2007) 402-407.
5. LORENTZEN, J. New directions in freeze-drying. In: SPICER, A. (Ed.) Advances in preconcentration and dehydration of foods. London: Applied Science, 1974
6. VAN ARSDEL, W. B.; COPLEY, M.J. and MORGAN, A.I. (Editors). Food Dehydration, 2nd Edition. AVI Publishing Co., Westport, Conn., Vol. 1 & 2.
7. FELLOEWS, P.J. Food Processing Technology: Principles and Practice. 2nd Edition. Woodhead Publishing, Limited, 2000.
8. TRESSLER, D.K.; VAN ARSEL, W.B.; COPLEY, M.J. The Freezing Preservation of Foods. AVI Publishing Co., Inc., Westport, Connecticut. Vol. 1.
9. RENE, F.; HAMMAMI, C. Determination of Freeze-Drying Process Variables for Strawberries. França, 1996.
10. REYES, A. et al. Comparative Study of Different Process Conditions of Freeze Drying of 'Murtilla' Berry. Temuco, Chile, 2010.
11. GEA Process Engineering. Atlas CONRAD Plants for the Food and Beverage Industries, Manual disponível online e acessado em agosto de 2012.
12. Decagon Devices, Inc. Fundamentals of Water Activity. USA, Washington, 2006.

Sites consultados:

13. GEA Niro – GEA Niro Engineering S/A
http://www.niro.com/freeze_drying.html
<http://www.niro.com/niro/cmsdoc.nsf/WebDoc/ndkk5hveh7FreezeDryers>

obs: ao consultarmos o livro [5], vimos boas referências à tecnologia ATLAS.
Assim, encontramos a empresa detentora da tecnologia.

14. Introduction to Biochemical Engineering by Prof. Bunlay of Rensselaer Polytechnic Institute

[tp://www.rpi.edu/dept/chem-eng/Biotech-Environ/LYO/](http://www.rpi.edu/dept/chem-eng/Biotech-Environ/LYO/)

15. Website especializado em suprimentos de emergência

[tp://www.shelfreliance.com/c/university/article/what-freeze-dried](http://www.shelfreliance.com/c/university/article/what-freeze-dried)

16. Website com notícias e descobertas realizadas pelo Freeze Drying Focus Group, da University of Erlangen, Germany

<http://www.freeze-drying.eu/>

17. Website de informações gerais sobre liofilização

<http://www.freezedryinginfo.com/>

18. Empresa brasileira que comercializa produtos liofilizados. Vamos consultá-la para maiores informações como tabelas nutricionais, tempo de prateleira e referência sensorial.

<http://www.liofoods.com.br/default.aspx>

19. Guia de liofilização para laboratório

http://www.labconco.com/product_lit/brochures/guide_fd.pdf

ANEXO A – Dados coletados em testes de viscosidade à velocidade constante de 220 rpm

1. Vitamina de frutas e iogurte integral

1.1. Ensaio para a vitamina de iogurte integral original

Viscosity (cP)	Speed (rpm)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
118.18	220.00	5.17	7.28	61.60	17.80
118.18	220.00	5.17	7.28	61.60	17.80
120.45	220.00	5.32	7.42	61.60	17.80
118.18	220.00	5.19	7.28	61.60	17.80
127.27	220.00	5.61	7.84	61.60	17.90
113.64	220.00	4.99	7.00	61.60	17.90
113.64	220.00	5.04	7.00	61.60	17.90
115.91	220.00	5.14	7.14	61.60	17.90
118.18	220.00	5.17	7.28	61.60	17.90
115.91	220.00	5.09	7.14	61.60	17.90

1.2. Ensaio para a vitamina de iogurte integral liofilizada e 75% reidratada

Viscosity (cP)	Speed (rpm)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
300.00	220.00	13.21	18.48	61.60	16.10
300.00	220.00	13.17	18.48	61.60	16.10
311.36	220.00	13.74	19.18	61.60	16.20
293.18	220.00	12.94	18.06	61.60	16.20
290.91	220.00	12.80	17.92	61.60	16.20
288.64	220.00	12.67	17.78	61.60	16.20
293.18	220.00	12.94	18.06	61.60	16.30
302.27	220.00	13.30	18.62	61.60	16.30
288.64	220.00	12.74	17.78	61.60	16.30
286.36	220.00	12.57	17.64	61.60	16.30

1.3. Ensaio para a vitamina de iogurte integral liofilizada e 100% reidratada

Viscosity (cP)	Speed (rpm)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
140.91	220.00	6.15	8.68	61.60	16.70
131.82	220.00	5.82	8.12	61.60	16.70
134.09	220.00	5.88	8.26	61.60	16.60
131.82	220.00	5.83	8.12	61.60	16.60
131.82	220.00	5.81	8.12	61.60	16.60
131.82	220.00	5.78	8.12	61.60	16.70
129.55	220.00	5.65	7.98	61.60	16.70
136.36	220.00	6.01	8.40	61.60	16.70
129.55	220.00	5.71	7.98	61.60	16.70
129.55	220.00	5.66	7.98	61.60	16.70

1.4. Ensaio para a vitamina de iogurte integral liofilizada e 125% reidratada

Viscosity (cP)	Speed (rpm)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
79.55	220.00	3.51	4.90	61.60	16.50
79.55	220.00	3.48	4.90	61.60	16.50
79.55	220.00	3.50	4.90	61.60	16.50
81.82	220.00	3.65	5.04	61.60	16.60
79.55	220.00	3.54	4.90	61.60	16.60
79.55	220.00	3.55	4.90	61.60	16.70
77.27	220.00	3.40	4.76	61.60	16.70
77.27	220.00	3.37	4.76	61.60	16.70
77.27	220.00	3.44	4.76	61.60	16.70
77.27	220.00	3.36	4.76	61.60	16.70

1.3. Ensaio para a vitamina de iogurte integral liofilizada e 125% reidratada

Viscosity (cP)	Speed (rpm)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
79.55	220.00	3.51	4.90	61.60	16.50
79.55	220.00	3.48	4.90	61.60	16.50
79.55	220.00	3.50	4.90	61.60	16.50
81.82	220.00	3.65	5.04	61.60	16.60
79.55	220.00	3.54	4.90	61.60	16.60
79.55	220.00	3.55	4.90	61.60	16.70
77.27	220.00	3.40	4.76	61.60	16.70
77.27	220.00	3.37	4.76	61.60	16.70
77.27	220.00	3.44	4.76	61.60	16.70
77.27	220.00	3.36	4.76	61.60	16.70

2. Vitamina de frutas e iogurte desnatado

2.1. Ensaio para a vitamina de iogurte desnatado original

Viscosity (cP)	Speed (rpm)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
215.91	220.00	9.52	13.30	61.60	14.20
213.64	220.00	9.43	13.16	61.60	14.30
213.64	220.00	9.40	13.16	61.60	14.20
211.36	220.00	9.26	13.02	61.60	14.30
209.09	220.00	9.21	12.88	61.60	14.40
211.36	220.00	9.30	13.02	61.60	14.30
211.36	220.00	9.32	13.02	61.60	14.30
211.36	220.00	9.33	13.02	61.60	14.40
209.09	220.00	9.23	12.88	61.60	14.40
211.36	220.00	9.32	13.02	61.60	14.50

2.2. Ensaio para a vitamina de iogurte desnatado liofilizada e 75% reidratada

Viscosity (cP)	Speed (rpm)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
590.91	220.00	25.98	36.40	61.60	17.10
604.55	220.00	26.61	37.24	61.60	17.10
588.64	220.00	25.89	36.26	61.60	17.10
590.91	220.00	26.01	36.40	61.60	17.10
595.45	220.00	26.18	36.68	61.60	17.20
586.36	220.00	25.82	36.12	61.60	17.10
584.09	220.00	25.68	35.98	61.60	17.20
575.00	220.00	25.25	35.42	61.60	17.20
584.09	220.00	25.67	35.98	61.60	17.20
565.91	220.00	24.87	34.86	61.60	17.20

2.3. Ensaio para a vitamina de iogurte desnatado liofilizada e 100% reidratada

Viscosity (cP)	Speed (rpm)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
270.45	220.00	11.89	16.66	61.60	17.00
270.45	220.00	11.86	16.66	61.60	17.00
265.91	220.00	11.70	16.38	61.60	17.10
263.64	220.00	11.64	16.24	61.60	17.10
263.64	220.00	11.61	16.24	61.60	17.10
263.64	220.00	11.60	16.24	61.60	17.10
256.82	220.00	11.35	15.82	61.60	17.20
256.82	220.00	11.33	15.82	61.60	17.20
252.27	220.00	11.13	15.54	61.60	17.20
254.55	220.00	11.18	15.68	61.60	17.10

2.3. Ensaio para a vitamina de iogurte desnatado liofilizada e 100% reidratada

Viscosity (cP)	Speed (rpm)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
113.64	220.00	4.98	7.00	61.60	17.40
113.64	220.00	5.02	7.00	61.60	17.40
111.36	220.00	4.90	6.86	61.60	17.40
111.36	220.00	4.91	6.86	61.60	17.40
113.64	220.00	4.99	7.00	61.60	17.40
111.36	220.00	4.89	6.86	61.60	17.40
113.64	220.00	4.95	7.00	61.60	17.40
111.36	220.00	4.94	6.86	61.60	17.50
111.36	220.00	4.88	6.86	61.60	17.50
111.36	220.00	4.86	6.86	61.60	17.40

ANEXO B – Dados coletados em testes de viscosidade com variação da velocidade de rotação

1. Vitamina de frutas e iogurte integral

1.1. Ensaio para a vitamina de iogurte integral original

Speed (rpm)	Viscosity (cP)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
190.00	171.88	6.58	9.24	53.76	17.30
200.00	147.50	5.92	8.26	56.00	17.30
210.00	130.95	5.53	7.70	58.80	17.30
220.00	131.82	5.77	8.12	61.60	17.40
230.00	129.76	5.31	7.42	60.48	17.40
240.00	127.34	4.80	6.72	61.04	17.40
250.00	130.30	5.72	7.98	61.60	17.50
240.00	127.44	5.38	7.56	61.04	17.50
230.00	125.77	4.99	7.00	60.48	17.50
220.00	125.82	5.20	7.28	59.92	17.50
210.00	126.19	5.25	7.42	58.80	17.60
200.00	127.50	5.14	7.14	56.00	17.60
190.00	131.58	4.95	7.00	53.20	17.60

1.2. Ensaio para a vitamina de iogurte integral liofilizada e 75% reidratada

Speed (rpm)	Viscosity (cP)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
210.00	319.05	13.45	18.76	58.80	15.90
220.00	313.64	13.79	19.32	61.60	15.90
230.00	310.87	14.29	20.02	64.40	15.90
240.00	308.33	14.79	20.72	67.20	15.90
250.00	278.00	13.94	19.46	70.00	15.90

Speed (rpm)	Viscosity (cP)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
250.00	292.00	14.59	20.44	70.00	16.00
250.00	294.00	14.70	20.58	70.00	16.00
250.00	294.00	14.74	20.58	70.00	16.00
250.00	300.00	14.96	21.00	70.00	16.00
250.00	300.00	15.02	21.00	70.00	16.00
240.00	300.00	14.43	20.16	67.20	16.00
230.00	295.65	13.64	19.04	64.40	16.00
220.00	313.64	13.77	19.32	61.60	16.00
210.00	309.52	12.96	18.20	58.80	16.00
200.00	317.50	12.65	17.78	56.00	16.00
190.00	331.58	12.56	17.64	53.20	16.00
180.00	333.33	11.98	16.80	50.40	16.10
170.00	335.29	11.42	15.96	47.60	16.00
160.00	343.75	10.98	15.40	44.80	16.00
150.00	360.00	10.82	15.12	42.00	16.10
140.00	367.86	10.29	14.42	39.20	16.00

1.3. Ensaio para a vitamina de iogurte integral liofilizada e 100% reidratada

Speed (rpm)	Viscosity (cP)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
210.00	173.81	7.30	10.22	58.80	16.30
220.00	161.36	7.08	9.94	61.60	16.40
230.00	165.22	7.57	10.64	64.40	16.30
240.00	156.25	7.49	10.50	67.20	16.30
250.00	148.00	7.39	10.36	70.00	16.40
250.00	144.00	7.18	10.08	70.00	16.30
250.00	138.00	6.94	9.66	70.00	16.40
250.00	146.00	7.32	10.22	70.00	16.40
250.00	146.00	7.32	10.22	70.00	16.40
250.00	150.00	7.49	10.50	70.00	16.40
240.00	145.83	7.05	9.80	67.20	16.40

Speed (rpm)	Viscosity (cP)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
230.00	152.17	6.96	9.80	64.40	16.40
220.00	152.27	6.72	9.38	61.60	16.50
210.00	154.76	6.48	9.10	58.80	16.50
200.00	160.00	6.37	8.96	56.00	16.50
190.00	157.89	5.95	8.40	53.20	16.50
180.00	161.11	5.80	8.12	50.40	16.50
170.00	161.76	5.52	7.70	47.60	16.50
160.00	159.38	5.10	7.14	44.80	16.50
150.00	166.67	5.01	7.00	42.00	16.50
140.00	175.00	4.92	6.86	39.20	16.50

1.4. Ensaio para a vitamina de iogurte integral liofilizada e 125% reidratada

Speed (rpm)	Viscosity (cP)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
210.00	71.43	2.96	4.20	58.80	16.90
220.00	70.45	3.06	4.34	61.60	16.90
230.00	69.57	3.20	4.48	64.40	16.90
240.00	64.58	3.10	4.34	67.20	16.90
250.00	60.00	3.01	4.20	70.00	16.90
250.00	62.00	3.07	4.34	70.00	16.90
250.00	64.00	3.19	4.48	70.00	16.90
250.00	64.00	3.16	4.48	70.00	17.00
250.00	58.00	2.90	4.06	70.00	17.00
250.00	58.00	2.92	4.06	70.00	17.00
240.00	58.33	2.83	3.92	67.20	17.00
230.00	60.87	2.81	3.92	64.40	17.00
220.00	65.91	2.85	4.06	61.60	17.00
210.00	66.67	2.80	3.92	58.80	17.00
200.00	70.00	2.81	3.92	56.00	17.00
190.00	71.05	2.68	3.78	53.20	17.00
180.00	69.44	2.51	3.50	50.40	17.00

Speed (rpm)	Viscosity (cP)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
170.00	70.59	2.44	3.36	47.60	17.10
160.00	78.13	2.47	3.50	44.80	17.10
150.00	76.67	2.30	3.22	42.00	17.10
140.00	75.00	2.14	2.94	39.20	17.10

2. Vitamina de frutas e iogurte desnatado

2.1. Ensaio para a vitamina de iogurte desnatado original

Speed (rpm)	Viscosity (cP)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
210.00	269.05	11.28	15.82	58.80	13.40
220.00	256.82	11.31	15.82	61.60	13.40
230.00	247.83	11.36	15.96	64.40	13.50
240.00	235.42	11.34	15.82	67.20	13.50
250.00	228.00	11.44	15.96	70.00	13.50
250.00	230.00	11.50	16.10	70.00	13.60
240.00	233.33	11.16	15.68	67.20	13.60
230.00	234.78	10.83	15.12	64.40	13.60
220.00	243.18	10.65	14.98	61.60	13.60
210.00	245.24	10.30	14.42	58.80	13.70
200.00	250.00	9.98	14.00	56.00	13.80
190.00	255.26	9.72	13.58	53.20	13.90
180.00	258.33	9.32	13.02	50.40	13.80
170.00	270.59	9.22	12.88	47.60	13.90
160.00	275.00	8.83	12.32	44.80	13.90
150.00	276.67	8.30	11.62	42.00	13.90
140.00	285.71	8.02	11.20	39.20	14.00

2.2. Ensaio para a vitamina de iogurte desnatado liofilizada e 75% reidratada

Speed (rpm)	Viscosity (cP)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
210.00	733.33	30.80	43.12	58.80	16.50
220.00	670.45	29.54	41.30	61.60	16.50
230.00	667.39	30.69	42.98	64.40	16.60
240.00	641.67	30.77	43.12	67.20	16.60
250.00	612.00	30.64	42.84	70.00	16.60
250.00	616.00	30.81	43.12	70.00	16.70
250.00	616.00	30.77	43.12	70.00	16.80
250.00	606.00	30.26	42.42	70.00	16.80
250.00	598.00	29.92	41.86	70.00	16.80
250.00	582.00	29.14	40.74	70.00	16.80
240.00	602.08	28.94	40.46	67.20	16.90
230.00	626.09	28.82	40.32	64.40	16.90
220.00	636.36	28.02	39.20	61.60	16.90
210.00	645.24	27.10	37.94	58.80	16.90
200.00	665.00	26.58	37.24	56.00	17.00
190.00	673.68	25.65	35.84	53.20	17.00
180.00	691.67	24.90	34.86	50.40	17.00
170.00	726.47	24.67	34.58	47.60	17.00
160.00	737.50	23.62	33.04	44.80	17.00
150.00	756.67	22.73	31.78	42.00	17.00
140.00	789.29	22.14	30.94	39.20	17.00

2.3. Ensaio para a vitamina de iogurte desnatado liofilizada e 100% reidratada

Speed (rpm)	Viscosity (cP)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
210.00	259.52	10.87	15.26	58.80	17.20
220.00	254.55	11.22	15.68	61.60	17.20
230.00	245.65	11.27	15.82	64.40	17.20
240.00	231.25	11.09	15.54	67.20	17.20
250.00	228.00	11.41	15.96	70.00	17.30

Speed (rpm)	Viscosity (cP)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
250.00	228.00	11.38	15.96	70.00	17.40
250.00	224.00	11.23	15.68	70.00	17.30
250.00	224.00	11.22	15.68	70.00	17.30
250.00	222.00	11.08	15.54	70.00	17.30
250.00	222.00	11.14	15.54	70.00	17.40
240.00	227.08	10.90	15.26	67.20	17.30
230.00	232.61	10.66	14.98	64.40	17.40
220.00	234.09	10.28	14.42	61.60	17.40
210.00	238.10	9.97	14.00	58.80	17.40
200.00	247.50	9.86	13.86	56.00	17.40
190.00	252.63	9.57	13.44	53.20	17.40
180.00	255.56	9.18	12.88	50.40	17.40
170.00	261.76	8.89	12.46	47.60	17.40
160.00	268.75	8.58	12.04	44.80	17.40
150.00	266.67	8.02	11.20	42.00	17.40
140.00	271.43	7.56	10.64	39.20	17.50

2.4. Ensaio para a vitamina de iogurte desnatado liofilizada e 125% reidratada

Speed (rpm)	Viscosity (cP)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
210.00	157.14	6.61	9.24	58.80	16.80
220.00	150.00	6.56	9.24	61.60	16.80
230.00	141.30	6.50	9.10	64.40	16.90
240.00	135.42	6.54	9.10	67.20	16.90
250.00	132.00	6.60	9.24	70.00	17.00
250.00	128.00	6.40	8.96	70.00	17.00
250.00	126.00	6.32	8.82	70.00	17.00
250.00	128.00	6.37	8.96	70.00	17.00
250.00	122.00	6.09	8.54	70.00	17.10
250.00	120.00	6.04	8.40	70.00	17.10
240.00	122.92	5.94	8.26	67.20	17.10

Speed (rpm)	Viscosity (cP)	% Torque	Shear Stress	Shear Rate	Temperature (°C)
230.00	123.91	5.68	7.98	64.40	17.10
220.00	125.00	5.49	7.70	61.60	17.20
210.00	128.57	5.37	7.56	58.80	17.20
200.00	127.50	5.12	7.14	56.00	17.20
190.00	131.58	4.99	7.00	53.20	17.20
180.00	133.33	4.83	6.72	50.40	17.30
170.00	135.29	4.63	6.44	47.60	17.30
160.00	140.63	4.52	6.30	44.80	17.30
150.00	143.33	4.25	6.02	42.00	17.30
140.00	150.00	4.17	5.88	39.20	17.30