

**AUTORES**  
AUTHORS

✉ **Alba Lúcia A. C. NISIDA**  
Pesquisador do Centro de Tecnologia de Hortifrutícolas do Instituto de Tecnologia de Alimentos  
Caixa Postal 139, Av. Brasil, 2880  
CEP: 13073-001 Campinas-SP - Brasil  
Fone: (0xx19) 3743-1847  
e-mail: anisida@ital.org.br

**Hilary Castle MENEZES**  
Prof. Ms. III da Faculdade de Engenharia de Alimentos - FEA-UNICAMP - Cidade Universitária  
Professor Zeferino Vaz - Rua Monteiro Lobato, 80  
Caixa Postal 6121 - CEP: 13083-970 Campinas-SP  
e-mail: hilary@fea.unicamp.br

**Rogério Perujo TOCCHINI**  
Pesquisador do Centro de Tecnologia de Hortifrutícolas do Instituto de Tecnologia de Alimentos  
Caixa Postal 139, Av. Brasil, 2880  
CEP: 13073-001 Campinas-SP - Brasil  
Fone: (0xx19) 3743-1846

**Shirley Aparecida Garcia BERBARI**  
Pesquisador do Centro de Tecnologia de Hortifrutícolas do Instituto de Tecnologia de Alimentos  
Caixa Postal 139, Av. Brasil, 2880  
CEP: 13073-001 Campinas-SP - Brasil  
Fone: (0xx19) 3743-1848

**RESUMO**

Suco de laranja integral, cultivar Pêra Rio, tratado termicamente, refrigerado, acondicionado assepticamente em embalagem cartonada Tetra-Brik, e armazenado às temperaturas de 2°, 12° e 35°C, foi avaliado para definição da estabilidade. As amostras foram analisadas periodicamente pelas determinações de pH, Brix, acidez total titulável, ácido ascórbico e contagem total de mesófilos. Avaliações sensoriais foram realizadas simultaneamente às demais determinações, por meio de testes de escala estruturada, avaliando a aceitabilidade das amostras. Verificou-se que o fator microbiológico não influenciou a determinação da estabilidade das amostras, como esperado. O suco apresentou redução de ácido ascórbico entre 10-15% nas amostras armazenadas a 2° e 12°C, quando foram rejeitadas sensorialmente. Já nas amostras armazenadas a 35°C, praticamente não houve redução do teor de ácido ascórbico até a rejeição sensorial. A estabilidade das amostras armazenadas a 2°, 12° e 35°C foi de 53, 48 e 8 dias respectivamente, definida pela avaliação sensorial.

**SUMMARY**

Single-strength orange juice, cultivar Pera Rio, heat treated, refrigerated, aseptically packaged in Tetra-Brik, and stored at 2°, 12° and 35°C, was studied for the definition of its shelf-life. The samples were periodically analysed for pH, Brix, total acidity, ascorbic acid and total mesophilic count. Sensory panels were conducted simultaneously, to test samples acceptability. As expected, the microbiological factors did not influence the storage stability of the samples. The juice showed an ascorbic acid reduction of 10-15% in the samples stored at 2° and 12°C, at the point of sensory rejection. In the samples stored at 35°C, there was no reduction in ascorbic acid until up to the point of sensory rejection. The shelf-lives of the samples stored at 2°, 12° and 35°C were, respectively, 53, 48 and 8 days, based on the sensory analyses.

**PALAVRAS-CHAVE**  
KEY WORDS

Suco de laranja; Suco de laranja-pasteurização; Estabilidade; Vida útil / Orange juice; Orange juice-pasteurisation; Stability; Shelf-life.

## 1. INTRODUÇÃO

O Brasil é atualmente responsável por cerca de 50% da laranja processada no mundo, vindo a seguir os EUA. Cerca de 70% da fruta brasileira é processada para obtenção de suco concentrado congelado. Praticamente todas as indústrias brasileiras de suco de laranja para exportação estão localizadas no Estado de São Paulo, onde se encontra a maior parte da produção de laranja do País (VIEGAS, s.d.). Processam-se cerca de 80% da produção de laranjas em São Paulo. Um índice superior a 90% dos produtos de sua industrialização são exportados, o que coloca a indústria de produtos cítricos numa posição de destaque na economia do País.

Embora a estatística mundial aponte para o suco concentrado congelado como o produto de laranja comercialmente mais importante, deve-se ressaltar que grande parte desse material é, na verdade, reprocessado e comercializado na forma de suco reconstituído e refrigerado, "pronto para beber", segundo BROWN et al. (1993). O autor se refere ao suco refrigerado como sendo responsável por mais de 50% do total de suco de laranja comercializado no varejo dos EUA.

A legislação brasileira prevê a comercialização de suco refrigerado, com vida útil curta, armazenado e distribuído na cadeia de refrigeração entre 4 e 8°C. Porém, a inexistência de equipamentos adequados à industrialização deste tipo de produto contribuiu para que este segmento não se desenvolvesse até 1990. O mercado interno para este produto parecia bastante limitado, devido à disponibilidade de fruta fresca durante praticamente o ano inteiro (NISIDA et al., 1993). Com a introdução no mercado, de equipamentos de pequeno porte para extração de suco de laranja, permitindo a comercialização de suco não-pasteurizado por padarias, restaurantes e pequenos envasadores, o mercado de suco integral, que era latente, despertou e aumentou acentuadamente, até o aparecimento do suco pasteurizado, que veio atender a uma expectativa tanto de produtores, como de consumidores, com relação a uma maior vida-de-prateleira.

Segundo informações divulgadas pela Abecitrus em 2001, o mercado interno de suco de laranja, incluindo suco fresco e pasteurizado, cresceu de 3 milhões de litros em 1993 para 25 milhões de litros em 1995, e para cerca de 200 milhões de litros em 2000.

Neste panorama, a otimização da qualidade do suco de laranja "pasteurizado" refrigerado se faz necessária, entendendo-se por "qualidade", tanto os atributos inerentes ao produto, como seu custo e extensão da estabilidade, entre outros parâmetros.

Com objetivo de estender a vida-de-prateleira do produto, a alternativa proposta e avaliada no presente trabalho é a de, após a extração, utilizando extratora com componentes Low-oil, processar o suco assepticamente, acondicionando-o em embalagem Tetra-Brik. Algumas alterações e/ou adaptações foram feitas no sistema tradicional de acondicionamento Tetra Pak para viabilizar a avaliação, como por exemplo a utilização da solução de Sulfal como

agente de desinfecção do material de embalagem, em lugar de água oxigenada, a injeção de nitrogênio filtrado no tanque-pulmão, após a pasteurização do produto, além da circulação de água resfriada a 12°C na camisa deste tanque.

## 2. METODOLOGIA

Os ensaios para o desenvolvimento do presente trabalho foram realizados nas instalações do Centro de Tecnologia de Hortifrutícolas – FRUTHOTEC, do Instituto de Tecnologia de Alimentos – ITAL, Campinas.

### 2.1 Matéria-prima

Utilizaram-se 700kg de laranja cultivar Pêra, proveniente da região de Limeira-SP. As laranjas foram colhidas 1 dia antes, transportadas em caixas plásticas para as instalações do FRUTHOTEC, em Campinas-SP, no dia do processamento.

### 2.2 Caracterização da matéria-prima

Caracterizou-se a matéria-prima por meio de análises no suco recém-extraído, pelas seguintes determinações:

- a) pH – leitura direta em potenciômetro.
- b) Brix – medido diretamente em refratômetro, e o resultado expresso em ° Brix.
- c) Acidez total titulável (ATT) – determinada por titulometria, segundo método da "Association of Official Analytical Chemists" (AOAC, 1980). Resultados expressos em percentagem de ácido cítrico.
- d) Ácido ascórbico (AA) – segundo método de Tillmans, descrito por COX, PEARSON (1967). O método baseia-se em titulometria com 2,6-diclorofenol indofenol previamente padronizado. Resultados expressos em miligramas de ácido ascórbico por 100 gramas de suco, [mg/100g].
- e) Teor de óleo essencial – segundo método de Scott, descrito por ANGELUCCI (1988). Resultados expressos em mililitros de d-limoneno por 100 gramas de suco, [mL/100g].

### 2.3 Embalagens

Utilizou-se embalagem asséptica flexível da Tetra Pak, denominada tetra-brik, com capacidade de 200mL.

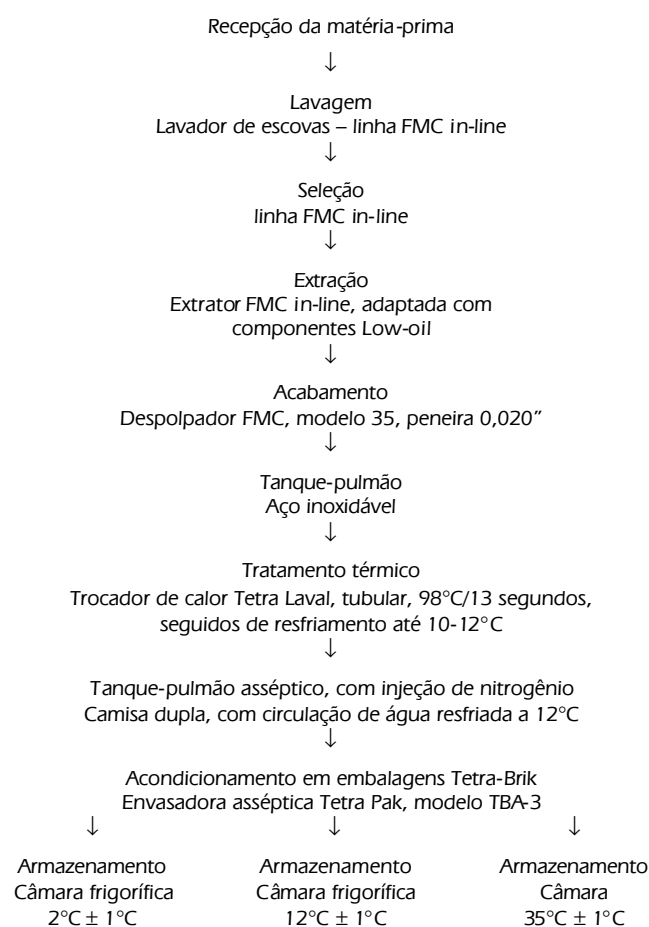
O material de embalagem, constituído por polietileno de baixa densidade, tinta de impressão, papel branco, papel kraft, polietileno de laminação, alumínio, polímero adesivo e polietileno de baixa densidade (de fora para dentro da embalagem), foi fornecido pela empresa Tetra Pak.

A solução de Sulfal, utilizada para assepsia do material de embalagem, foi formulada seguindo a descrição a seguir:

- 15% Álcool etílico
- 4,8% Metabissulfito de sódio ou 5,6% metabissulfito de potássio
- 1% Ácido cítrico
- 0,1% PSM (agente espalhante)
- 79,1% Água destilada

## 2.4 Processamento

As operações envolvidas no processamento para obtenção do suco de laranja pasteurizado, acondicionado assepticamente em Tetra-Brik são apresentadas no fluxograma básico de processamento mostrado na Figura 1.



**FIGURA 1.** Fluxograma de processamento para obtenção de amostras de suco de laranja pasteurizado, refrigerado, acondicionado em embalagem asséptica, armazenado a 2, 12 e 35°C.

## 2.5 Avaliação da estabilidade do produto

### 2.5.1 Estabilidade química e física

A estabilidade química e física foi avaliada periodicamente, durante o armazenamento. A cada período

de avaliação, foram retiradas aleatoriamente 10 embalagens correspondentes à cada temperatura de armazenamento. De cada lote de amostra, após mistura do produto, foi retirada uma alíquota, na qual foram determinados: pH, Brix, acidez total titulável (ATT) e teor de ácido ascórbico, cujas metodologias foram descritas no item 2.2.

O teor de ácido ascórbico (AA) foi expresso em valores de retenção de ácido ascórbico (AA), calculados segundo a fórmula: Retenção de AA =  $X/Y \times 100$ , onde:

X = teor de AA em um determinado tempo de armazenamento;

Y = teor de AA no produto, no primeiro dia de armazenamento a 2°C.

O teor de SO<sub>2</sub> foi determinado, após acondicionamento asséptico, pelo método de Monieer-Williams, modificado por Shipton (PEARSON, 1970), expressando SO<sub>2</sub> total (livre + combinado) em percentagem. Esta determinação foi realizada em triplicata apenas no produto recém-processado.

As determinações de acidez total titulável e de ácido ascórbico foram realizadas em triplicatas.

### 2.5.2 Estabilidade microbiológica

A estabilidade microbiológica foi avaliada pela contagem de mesófilos. A metodologia empregada foi de semeadura do inóculo por técnica de profundidade, utilizando o meio Orange Serum Agar (OSA) (HAATCHER et al., 1992), com incubação a 30°C/72 horas, sendo os resultados expressos em unidades formadoras de colônias por mililitro de amostra [UFC/mL]. Estas determinações foram realizadas com três repetições.

### 2.5.3 Qualidade sensorial

Periodicamente amostras armazenadas nas três temperaturas foram avaliadas quanto à aceitabilidade do sabor, utilizando a escala de categoria de cinco pontos (MORI et al., 1982) descrita a seguir:

1. Sabor inaceitável.
2. Sabor pouco aceitável.
3. Sabor aceitável.
4. Sabor agradável.
5. Sabor muito agradável.

A equipe foi composta por 12 provadores treinados. As amostras foram servidas aos provadores em copos plásticos, aos quais adicionaram-se (70±5)mL de suco de laranja. As três amostras foram servidas à temperatura de 18°C, em todos os períodos de análise, na presença de luz vermelha.

Adotou-se como limite de aceitabilidade o ponto dois (pouco aceitável) da escala, abaixo do qual o produto não era recomendado para consumo.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.1 Caracterização da matéria-prima

Os resultados da caracterização da matéria-prima, realizada no suco recém-extraído, encontram-se na Tabela 1.

**TABELA 1.** Resultados da avaliação química e física do suco de laranja recém-extraído.

Determinação	Resultado
pH	3,8
°Brix	11,4
ATT (%)	0,6±0,0
Ratio*	19,0
AA (mg/100g)	41±0
Teor óleo essencial (ml/100g)	0,029±0,001

\* Ratio = °Brix / ATT

#### 3.2 Avaliação química e física do produto

Os resultados referentes aos valores de pH, Brix e acidez total titulável mantiveram-se constantes no decorrer do período de armazenamento nas três temperaturas estudadas, sendo seus valores de 3,8, 11,6° e 0,6g ácido cítrico/100g respectivamente. A avaliação desses atributos foi realizada inicialmente para verificar se o produto sofreu diluição, o que é comum no processamento asséptico, principalmente para as amostras obtidas no início e no final do processo, pela mistura do suco com a água existente na tubulação. O acompanhamento destes parâmetros, durante o período de armazenamento, foi realizado como medida de segurança.

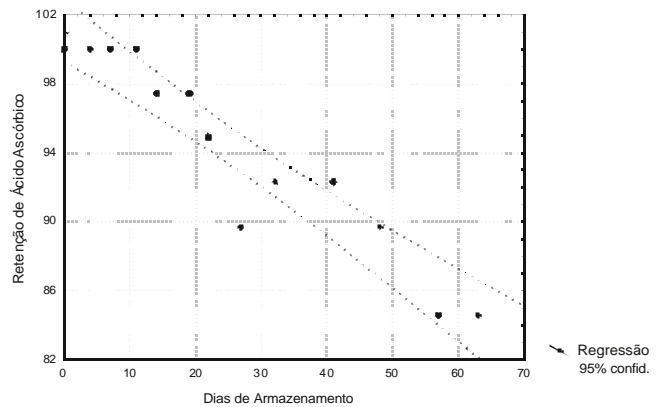
O teor de SO<sub>2</sub> total encontrado no produto, após acondicionamento nas embalagens, foi de 0,08mg/L, considerado insignificante. Esta determinação foi realizada para averiguação do residual deixado pelo Sulfal, utilizado na esterilização das embalagens.

Com relação à avaliação de retenção percentual de ácido ascórbico no produto armazenado nas três temperaturas, os resultados estão nas Figuras 2, 3 e 4.

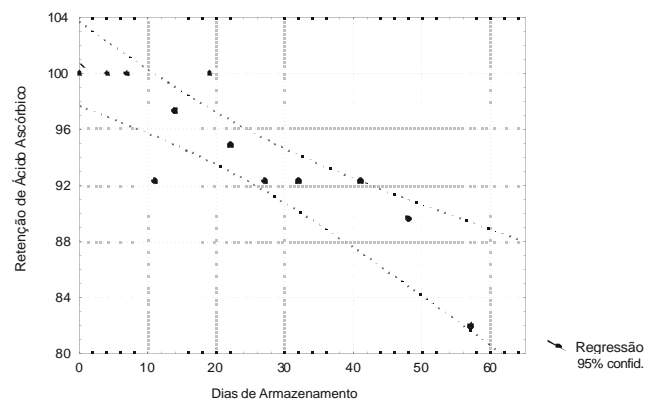
As retas traçadas nas Figuras 2, 3 e 4 correspondem às retas de regressão com intervalo de confiança de 95%, com base na seqüência de dados obtidos em cada temperatura de armazenamento.

A discussão sobre a retenção de ácido ascórbico no suco de laranja armazenado nas três temperaturas será realizada em conjunto com a discussão dos resultados da avaliação sensorial (item 3.4.).

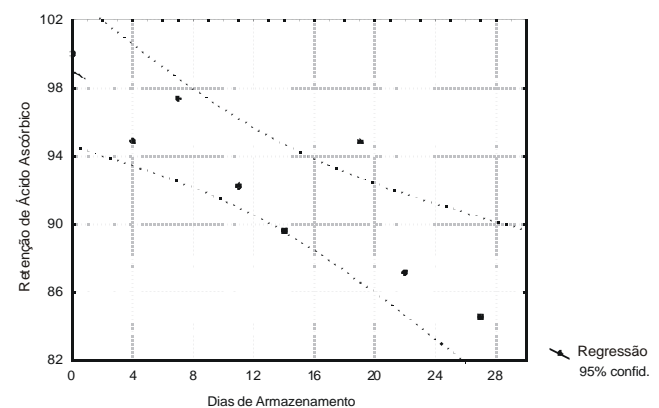
Os valores dos coeficientes de ajuste das retas de regressão (R<sup>2</sup>) traçadas nas Figuras 2, 3 e 4 foram de 0,91452872, 0,77300064 e 0,75715435 para as temperaturas de 2°, 12° e 35°C, respectivamente.



**FIGURA 2.** Retenção de ácido ascórbico (%) no produto armazenado a 2°C.



**FIGURA 3.** Retenção de ácido ascórbico (%) no produto armazenado a 12°C.



**FIGURA 4.** Retenção de ácido ascórbico (%) no produto armazenado a 35°C.

### 3.3 Avaliação microbiológica

Os resultados da avaliação microbiológica do produto armazenado nas três temperaturas encontram-se na Tabela 2.

**TABELA 2.** Resultados da contagem de mesófilos [UFC/mL] no suco de laranja, durante o armazenamento a 2, 12 e 35°C, em valores máximos das 3 repetições.

Dias de Armazenamento	Temperatura de Armazenamento		
	2°C	12°C	35°C
01	<10	<10	<10
04	<10	<10	<10
07	<10	<10	<10
11	<10	<10	<10
14	<10	1,2x10 <sup>1</sup>	2,5x10 <sup>1</sup>
19	<10	1,8x10 <sup>1</sup>	4,8x10 <sup>1</sup>
22	<10	2,6x10 <sup>1</sup>	1,3x10 <sup>3</sup>
27	<10	2,8x10 <sup>1</sup>	-
32	<10	2,9x10 <sup>1</sup>	-
41	<10	3,5x10 <sup>1</sup>	-
48	<10	3,6x10 <sup>2</sup>	-
57	<10	1,8x10 <sup>2</sup>	-
63	<10	1,8x10 <sup>2</sup>	-

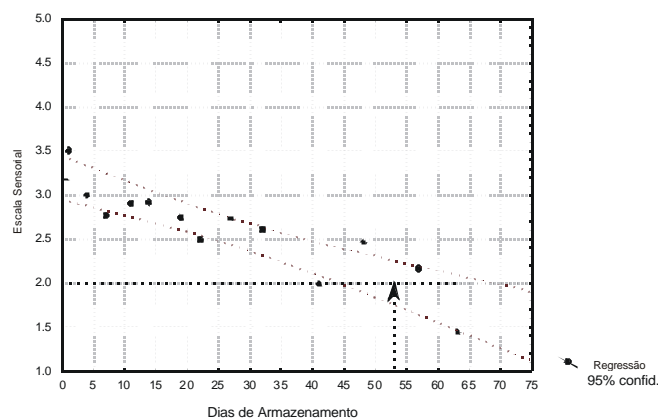
Quanto ao aspecto microbiológico, as amostras armazenadas a 35°C evidenciaram início de deterioração a partir do 22º dia de armazenamento, como pode ser observado na Tabela 2. A contagem de mesófilos totais encontrada no 22º dia de armazenamento foi da ordem de 10<sup>3</sup> UFC/mL de suco de laranja, considerada elevada para este tipo de produto, embora o limite máximo permitido pelo Ministério da Saúde para produtos similares seja da ordem de 10<sup>4</sup> UFC/mL.

As amostras de suco armazenadas às temperaturas de 2°C e 12°C mostraram-se microbiologicamente estáveis até 63 dias de armazenamento. A amostra armazenada a 2°C manteve níveis de mesófilos inferiores a 10 UFC/mL, durante todo o período de armazenamento estudado. A amostra armazenada a 12°C alcançou nível de 10<sup>2</sup> UFC/mL no final do armazenamento, considerado aceitável para este produto.

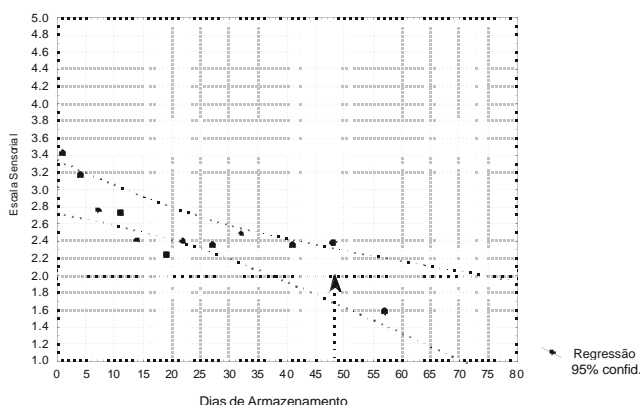
### 3.4 Avaliação sensorial

Os resultados obtidos na avaliação sensorial do suco de laranja, ao longo do período de armazenamento, são apresentados nas Figuras 5, 6 e 7.

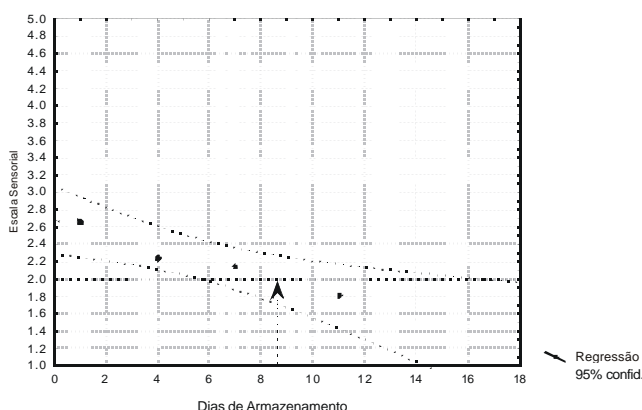
As retas traçadas nas Figuras 5, 6 e 7 correspondem às retas de regressão com intervalo de confiança de 95%, com base na seqüência de dados obtidos em cada temperatura de armazenamento.



**FIGURA 5.** Resultados da avaliação sensorial do produto armazenado a 2°C.



**FIGURA 6.** Resultados da avaliação sensorial do produto armazenado a 12°C.



**FIGURA 7.** Resultados da avaliação sensorial do produto armazenado a 35°C.

Os valores dos coeficientes de ajuste das retas de regressão ( $R^2$ ) traçadas nas Figuras 5, 6 e 7 foram de 0,79644204, 0,67861661 e 0,95037707 para as temperaturas de 2°, 12° e 35°C, respectivamente.

Pode-se estimar a vida útil em 53 dias à temperatura de 2°C, 48 dias à temperatura de 12°C e de 8,5 dias à temperatura de 35°C, observando-se as Figuras 5, 6 e 7 e adotando como limite de aceitabilidade o ponto dois da escala.

Comparando-se os resultados obtidos na avaliação sensorial com aqueles obtidos na avaliação microbiológica, pode-se observar que a avaliação sensorial foi o fator determinante para estimar a vida útil do produto.

Pode-se, portanto, afirmar que a estabilidade do produto armazenado nas três temperaturas foi determinada por reações químicas, uma vez que os aspectos microbiológicos e bioquímicos foram isolados pelos resultados obtidos nas avaliações microbiológicas e pelo tratamento térmico aplicado no processo, respectivamente.

Em relação às reações químicas, os compostos presentes no suco de laranja, tais como ácido ascórbico, d-limoneno, açúcares e ácido ferúlico, sofrem oxidação durante o armazenamento, sendo os produtos dessas reações ( $\alpha$ -terpinol, 5-metil-2-furaldeído, N-etilpirol-2-carbaldeído etc.) os principais responsáveis pela deterioração de qualidade do suco de laranja durante o armazenamento (KIMBALL, 1991). As velocidades dessas reações são diferentes entre si e muito dependentes da temperatura de armazenamento.

A retenção de ácido ascórbico (Figuras 2, 3 e 4) não se apresentou como os resultados obtidos por KEFFORD et al. (1959), onde os autores observaram um período inicial de grande redução do ácido ascórbico no produto acondicionado com saturação de ar ou  $O_2$  no espaço-livre e armazenado a 30°C. Esse fato possivelmente esteja ligado à ausência de espaço-livre na embalagem Tetra-Brik, que colaborou para maior retenção do ácido ascórbico no período inicial de armazenamento, sendo que a degradação do ácido ascórbico provavelmente ocorreu por meio de reações anaeróbicas, como descrito por TOCCHINI (1985), durante o armazenamento das amostras.

Quando as amostras armazenadas a 2°C e 12°C foram rejeitadas sensorialmente, observa-se que o ácido ascórbico apresentou redução entre 10-15%, enquanto nas amostras armazenadas a 35°C praticamente não houve redução do teor de ácido ascórbico até a rejeição sensorial.

Com relação às amostras armazenadas a 2 e 12°C, pode-se afirmar que a equipe de provadores foi capaz de detectar com fidelidade as alterações de qualidade no produto.

As reações que envolvem a degradação do ácido ascórbico conduzem à formação de produtos que causam aparecimento de sabores estranhos, além de escurecimento, conforme afirmado por TATUM et al. (1969), KEFFORD et al. (1959). No presente trabalho, a equipe de provadores conseguiu detectar o aparecimento das mudanças de sabor no período inicial de formação nas amostras armazenadas a 2° e 12°C.

Por outro lado, à temperatura de armazenamento de 35°C, as reações de oxidação de outros compostos já citados, que conduzem à formação de produtos com thresholds muito baixos, devem ser relativamente mais elevadas, direcionando

o processo que envolve a perda de qualidade do suco. Dentre esses compostos, KIMBALL (1991) relata que o 2,5-Dimetil-4-hidroxi-3(2H)-furanona, conhecido como furaneol, apresenta limite de detecção sensorial de 0,05ppm assim como o 2-Metil-4-eteneifenol, também conhecido como 4-vinilguaicol ou guaicol etileno éter. Embora a determinação não tenha sido realizada no presente trabalho, a formação de tais compostos pode ter sido responsável pela rápida perda de qualidade sensorial do produto armazenado a 35°C.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ANGELUCCI, E. **Análises Químicas de Sucos e Refrigerantes**. Campinas: ITAL, 1988. 171p. (Apostila).
- ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS (AOAC). **Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists**. 13.ed. Washington, D.C.: AOAC, 1980. 1018p.
- BROWN, M.G., KILMER, R.L., BEDIGIAN, K. Overview and trends in the fruit juice processing industry. **In: NAGY, S., CHEN, C.S., SHAW, P.E. Fruit juice processing technology**. Auburndale, Florida: Agscience, Inc., 1993. p.1-22.
- COX, H.E., PEARSON, P. **The chemical analysis of food**. New York: Chemical Publishing Co. Inc., 1967. 210p.
- HAATCHER, J.R.W.S., WEIHE, J.L., SPLITTOESSER, D.F., HILL, E.C., PARISH, M.E. Fruit Beverages. **In: HAATCHER, J.R.W.S., WEIHE, J.L., SPLITTOESSER, D.F., HILL, E.C., PARISH, M.E. Compendium of Methods for the Microbiological Examination of Foods**. Washington, D.C.: American Public Health Association, 1992. p.953-959.
- KEFFORD, J.F., MCKENZIE, H.A., THOMPSON, P.C.O. Effects of oxygen on quality and ascorbic acid retention in canned and frozen orange juice. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, **10**(1):51-63., 1959.
- KIMBALL, D.A. **Citrus processing quality control and technology**. New York: AVI Book, 1991. 473p.
- MORI, E.E.M., SHIROSE, I., FERREIRA, V.L.P., CAMPOS, S.D.S. **Métodos sensoriais e físicos para avaliação de alimentos e bebidas: Princípios aplicação**. Campinas: ITAL, 1982. 177p. (Apostila).
- NISIDA, A.L.A.C., TOCCHINI, R.P., BERBARI, S.A.G., ALVES, R.M.V., PORTO, E. Estabilidade de suco de laranja não-pasteurizado, armazenado a 4°C. **Coletânea do ITAL**, **23**(2):173-180, 1993.
- PEARSON, D. **The Chemical of Food**. 6.ed. London: J&A Churchill, 1970.
- TATUM, I.J., SHAW, P.E., BERRU, R.E. Degradation products from ascorbic acid. **Journal of Agricultural Food Chemistry**, **17**(1): 38-40, 1969.
- TOCCHINI, R.P. **Efeito da temperatura e do tempo de armazenamento na qualidade do suco concentrado de laranja pasteurizado embalado assepticamente em Tetra-Brik**. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos)-Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 1985. 51p.
- VIEGAS, F.C.P. **A industrialização dos produtos cítricos**. Araraquara: FMC DO BRASIL S/A, s.d. 144p.