

## UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

#### **TATIANA ORO**

# COMPOSIÇÃO NUTRICIONAL, COMPOSTOS BIOATIVOS E VIDA DE PRATELEIRA DE NOZ E ÓLEO PRENSADO A FRIO DE NOZ-PECÃ [Carya illinoinensis (Wangenh.) C. Koch]

Florianópolis

2007

## UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

#### TATIANA ORO

### COMPOSIÇÃO NUTRICIONAL, COMPOSTOS BIOATIVOS E VIDA DE PRATELEIRA DE NOZ E ÓLEO PRENSADO A FRIO DE NOZ-PECÃ

[Carya illinoinensis (Wangenh.) C. Koch]

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos, Departamento de Ciência e Tecnologia de Alimentos do Centro de Ciências Agrárias da Universidade Federal de Santa Catarina, como requisito para obtenção do título de Mestre em Ciência de Alimentos.

Orientadora: Prof.<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Jane Mara Block

Florianópolis

2007

#### **AGRADECIMENTOS**

À Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Jane Mara Block, pela orientação, incentivo, amizade e pela oportunidade concedida.

À DIVINUT Indústria de Nozes, pelo fornecimento das amostras.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela bolsa de estudos concedida.

À Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Renata Dias de Mello Castanho Amboni, pelas sugestões e pela contribuição na análise sensorial.

Ao Prof. Dr. Daniel Barrera-Arellano e à equipe do Laboratório de Óleos e Gorduras da UNICAMP, pelas análises realizadas.

À Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Helena Maria André Bolini, pelo auxílio na realização da análise sensorial.

Ao Prof. Dr. Paulo José Ogliari, pela orientação com a análise estatística.

À equipe de provadores, pela contribuição na análise sensorial das amostras.

À Dr. a Rosane Costa Beber e ao César Santos, pelo auxílio com as análises.

À colega e amiga Roberta, pelas análises microbiológicas.

Aos professores da Pós-Graduação, por contribuírem com minha formação profissional.

Aos colegas da Pós-Graduação, especialmente à Sabrina, Michele, Renata, Ana Cristina, Bianca, Janaina, Roberta e Jefferson, pelo companheirismo, amizade e por tornarem-se pessoas especiais na minha vida.

Aos funcionários do Departamento de Ciência e Tecnologia dos Alimentos, particularmente a Eunice Cassanego Ilha, pelo carinho e pela constante alegria.

Aos meus amigos que, mesmo de longe sempre se fizeram presentes, Gabriela, Jucieli, Vanessa Torri, Vanessa Fortes, Thiago, Naiane, Dalila e Rosele.

À Tais, por ter se tornado uma grande amiga.

Aos meus irmãos, Juliana e Francisco, pelo companheirismo, compreensão e amizade verdadeira.

Aos meus pais, Janice e José Carlos, pelo amor, pelo incentivo diário e pela confiança em mim depositada em toda a minha vida.

De uma maneira muito especial a Deus...por tudo.

ORO, T. Composição nutricional, compostos bioativos e vida de prateleira de noz e óleo prensado a frio de noz-pecã [Carya illinoinensis (Wangenh.) K. Koch]. 2007. 106 f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Alimentos), Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis – SC.

#### **RESUMO**

A noz-pecã é um alimento bastante apreciado devido às suas características sensoriais agradáveis e aos compostos bioativos presentes e, por isso, seu consumo vem aumentando nos últimos anos. A noz-pecã também é uma excelente fonte de óleo e assim, o acompanhamento das reações oxidativas que ocorrem com este tipo de alimento é muito importante. No presente trabalho foram monitoradas as alterações de qualidade de nozes-pecã armazenadas em potes plásticos de polipropileno e em filmes plásticos de nylon-polietileno sob vácuo e do óleo extra-virgem de noz-pecã armazenado em frascos âmbar, mantidos à temperatura ambiente durante 150 dias. As nozes foram caracterizadas de acordo com a metodologia da AOAC, apresentando 9,9 % de proteínas, 3,7 % de umidade, 69,4 % de lipídios totais, 1,4 % de minerais, 7,8 % de fibras totais, 0,5 % de fibras solúveis, 7,3 % de fibras insolúveis e 7,8 % de carboidratos. O valor calórico calculado foi de 726,7 kcal/100g. Para a torta foram obtidos 22,1 % de proteínas, 7,9 % de umidade, 36,2 % de lipídios totais, 3,2 % de minerais, 14,3 % de fibra total, 1,7 % de fibra solúvel, 12,6 % de fibra insolúvel e 16,3 % de carboidratos. O valor calórico foi de 536,4 kcal/100g. O óleo foi caracterizado de acordo com a metodologia oficial da AOCS, apresentando índice de peróxido de 0,548 meq O<sub>2</sub>/kg de óleo, índice de acidez de 0,133 mg KOH/g, 0,050 % de umidade, índice de Iodo de 98,4, índice de refração 1,469, índice de saponificação 184,29 g/100g, matéria insaponificável 2,0 g/100g, cor Lovibond 20,0 A/ 3,0V e estabilidade oxidativa de 9,8h. O óleo de noz-pecã apresentou 91,5 % de ácidos graxos insaturados, sendo 62,55 % de ácido oléico e 27,49 % de ácido linoléico, além de 30,0 mg/100g de tocoferóis. Para acompanhar as alterações na qualidade das nozes e do óleo durante o armazenamento, quinzenalmente foram utilizados os seguintes parâmetros de acordo com a metodologia da AOCS: índice de peróxido, extinção específica, índice de acidez e umidade e compostos voláteis. Além disso, mensalmente foi realizada análise sensorial para as nozes e para o óleo e análise de cor e análises microbiológicas para as nozes dos dois tipos de embalagens utilizadas. Após 150 dias de armazenamento puderam ser percebidas alterações significativas no índice de peróxido das nozes  $(1,04 - 4,67 \text{ meq } O_2/\text{kg})$  e na extinção específica  $(0,956 - 2,160 \text{ a } 232 \text{ nm e } 0.038 - 0.330 \text{ a } 270 \text{ meg } 0.038 - 0.038 \text{ a } 270 \text{ meg } 0.038 \text{ a } 270 \text{ a$ nm). O teor de umidade das nozes não sofreu alteração significativa (0.040 - 0.065 %) e o índice de acidez alterou-se significativamente ao longo do tempo (0,165 – 0,568 mg KOH/g). Na análise de cor das nozes houve variações importantes no índice de escurecimento (75,00-97,09). A nota sensorial atingiu o valor de corte (≤ 6,0) após 120 dias, sendo este determinado como o seu período de vida útil e a qualidade microbiológica das nozes manteve-se adequada por todo o período (ausência de Salmonella sp em 25g, contagens de Coliformes a 45°C < 3 NMP/g, e contagem de bolores e leveduras  $\leq 3.0 \times 10^2$ ). Através da análise de contrastes não foi possível observar diferenças significativas entre os tratamentos em relação a nenhum dos parâmetros utilizados. O índice de peróxido do óleo de noz-pecã (0,548 - 2,435 meg O<sub>2</sub>/kg) obedeceu aos

padrões estabelecidos pela legislação brasileira (máximo de 15 meq  $O_2/kg$ ). Os valores para extinção específica alteraram-se significativamente durante o armazenamento apenas para a análise a 232 nm (0,833 – 1,926). O índice de acidez para o óleo aumentou linearmente ao longo do tempo (0,134 – 0,171 mg KOH/g de óleo), mantendo-se entre os valores permitidos pela legislação (máximo de 4,0 mg KOH/g) e o teor de umidade variou significativamente (0,050 – 0,063 %). A análise sensorial do óleo mostrou alterações importantes na qualidade do mesmo a partir de 90 dias de armazenamento, sendo este período determinado como o seu tempo de vida útil.

ORO, T. Nutritional composition, bioatives compounds and shelf-life of nut and cold pressed oil of pecan nut [Carya illinoinensis (Wangenh.) K. Koch]. 2007. 105f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Alimentos), Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis – SC.

#### **ABSTRACT**

The Pecan nut is an appreciated food product due to its agreeable sensory characteristics and to the bioactive compounds it contains and, for these reasons, its consumption is being stimulated and is increasing. The Pecan nut presents a high lipid content (approximately 70%), thus, following and knowing the changes that occur in its quality during storage is of great importance. In the present work, Pecan nut, Pecan nut oil and the cake resultant from the production of the oil were characterized. Also, changes in the quality of the nuts (packaged in nylon-polyethylene plastic films under vacuum and in polypropylene plastic recipients) and, of the oil (obtained by pressing in a hydraulic press and packaged in amber glass recipients), kept at ambient temperature, were monitored for a period of 150 days. The nuts and cake presented 69.4 and 32.2% lipids; 7.8 and 16.3% carbohydrates; 9.9 and 22.1% proteins; 7.8 and 14.3% total dietary fiber; 0.5 and 1.7% soluble fibers; 7.3 and 12.3% insoluble fibers and a caloric value of 726.7 and 536.4 kcal/100 g, respectively. During the storage of the nuts, moisture content did not undergo significant changes, but a gradual and significant darkening of the surface of the nuts occurred. The alterations in acid value (0.17-0.37 and 0.19-0.57), peroxide value (1.0-2.7 and 1.1-4.7 mEq  $O_2/kg$ ) and specific extinction at 232 nm (0.98-1.99 and 0.96-2.16) and 270 nm (0.11-0.33 and 0.04-0.15), in the oil extracted from the nuts in plastic film packaging and in polypropylene recipients, respectively, during storage, were significant. Microbiological quality was considered excellent (absence of Salmonella sp. in 25 g, coliforms at 45°C < 3 MPN/g and, yeasts and molds count  $\leq 3.0 \times 10^2$ ). According to the sensory analysis, the changes in quality could be perceived sensorially after 120 days storage for the 2 types of packaging used. Pecan nut oil presented 62.5% oleic acid and 30 mg/kg γ-tocopherol. During storage, quality indices presented significant modifications and, after 150 days, reached values of 2.4 mEq O<sub>2</sub>/kg; 1.92; and 0.17 mg KOH/g for peroxide value, specific extinction at 232 nm and acid value, respectively. Sensory analysis of the oil indicated a decrease in its quality after 90 days storage.

#### SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	11
2 OBJETIVOS	13
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	14
3.1 Características, produção e beneficiamento da noz-pecã	14
3.2 Lipídios	17
3.3 Oxidação lipídica	18
3.3.1 Autoxidação	19
3.3.2 Fotoxidação	22
3.4 Hidrólise de Triglicerídios	24
3.5 Antioxidantes	24
3.5.1 Tocoferóis	25
3.7 Métodos Analíticos	31
3.7.1 Índice de Peróxido	31
3.7.2 Extinção Específica	32
3.7.3 Índice de Estabilidade de Óleos.	32
3.7.4 Índice de Acidez	32
3.7.5 Umidade e Compostos Voláteis	33
3.7.6 Análise Instrumental de Cor	33
3.7.7 Análise Sensorial	34
3.7.8 Análises Microbiológicas	35
4 MATERIAL E MÉTODOS	36
4.1 Matéria-prima	36
4.2 Métodos	36
4.2.1 Análises realizadas de acordo com a Association of Official Analytical Chemists	36
4.2.2 Análises realizadas de acordo com a metodologia da American Oil Chemists Society.	37
4.2.3 Análise de cor	37
4.2.4 Análise sensorial	38
4.2.5 Análise Microbiológica	39
4.3 Procedimento Experimental	40

4.3.1 Obtenção do óleo para as análises da qualidade das nozes	40
4.3.2 Determinação da Composição Nutricional da Noz e da Torta de Noz-pecã	40
4.3.3 Monitoramento da qualidade das nozes durante o armazenamento em d	liferentes
embalagens	40
4.3.4 Obtenção do óleo de noz-pecã.	40
4.3.5 Caracterização físico-química, composição em ácidos graxos e de tocoferóis do	o óleo de
noz-pecã	40
4.3.6 Monitoramento da qualidade do óleo de noz-pecã durante o armazenamento	41
4.3.7 Análise Estatística	41
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	42
5.1 Composição nutricional básica da noz e da torta de noz-pecã	42
5.2 Alterações na qualidade das nozes durante o armazenamento	43
5.3 Análise de correlação linear entre as variáveis físico-químicas	51
5.4 Análise instrumental da cor	52
5.5 Avaliação da alteração na qualidade da noz-pecã através da análise sensorial	54
5.6 Análises microbiológicas	55
5.7 Características físico-químicas e estabilidade oxidativa do óleo de noz-pecã	56
5.8 Estudo das alterações na qualidade do óleo de noz-pecã	59
5.9 Avaliação da qualidade do óleo de noz-pecã através da análise sensorial	63
5.9.1 Análise sensorial descritiva quantitativa	63
5.9.2 Análise de aceitação com consumidores	68
5.9.3 Correlação entre perfil sensorial e aceitação	68
6 CONCLUSÕES	70
7 REFERÊNCIAS	71
APÊNDICE A – Escalas utilizadas para a análise sensorial de nozes.	77
APÊNDICE B - Artigo em espanhol aceito para publicação pela revista GRASAS Y A	CEITES
	79

#### LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Representação da formação de radicais livres de oxigênio a partir do oxigênio
molecular
Figura 2. Representação das etapas de iniciação, propagação e terminação do processo
autoxidativo22
Figura 3. Representação dos mecanismos da fotoxidação de lipídios
Figura 4. Estruturas químicas dos tocoferóis e tocotrienóis
Figura 5. Mecanismo de ação antioxidante de tocoferóis
Figura 6. Escala utilizada para análise sensorial do óleo de noz-pecã
Figura 7. Correlação do índice de peróxido ao longo do tempo para as nozes armazenadas em
potes plásticos e em filmes plásticos a vácuo
Figura 8. Correlação linear do coeficiente de extinção específica a 232 nm ao longo do tempo
para as nozes armazenadas em potes plásticos e em filmes plásticos a vácuo
Figura 9. Correlação linear entre índice de peróxido e coeficiente de extinção específica a 232 nm
ao longo do tempo para as nozes armazenadas em potes plásticos e em filmes plásticos a
vácuo
Figura 10. Correlação linear do índice de acidez ao longo do tempo de armazenamento de nozes
embaladas em potes plásticos e em filmes plásticos a vácuo
Figura 11. Análise sensorial de intensidade de atributos de óleo de noz-pecã em função do tempo
67
Figura 12. Médias dos atributos sensoriais e aceitação de óleo de noz-pecã em função do tempo
de armazenamento

#### LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Composição nutricional da noz-pecã e da torta de noz-pecã
Tabela 2. Evolução dos parâmetros índice de peróxido e extinção específica a 232 nm e 270 nm
em nozes-pecã armazenadas em potes plásticos e filmes plásticos a vácuo
Tabela 3. Evolução dos parâmetros índice de acidez e umidade e compostos voláteis para nozes
em potes plásticos e filmes a vácuo ao longo do tempo de armazenamento
Tabela 4. Matriz de correlação linear entre as determinações físico-químicas
Tabela 5. Avaliação instrumental das alterações de cor das nozes armazenadas em potes e em
filmes plásticos a vácuo
Tabela 6. Médias de aceitação das nozes armazenadas em potes plásticos e em filmes a vácuo ao
longo do tempo de armazenamento
Tabela 7. Contagens de bolores e leveduras para nozes armazenadas em potes plásticos e em
filmes a vácuo ao longo do tempo de armazenamento
Tabela 8. Características físico-químicas do óleo de noz-pecã obtido por prensagem 57
Tabela 9. Evolução dos parâmetros índice de peróxido, extinção específica a 232 nm e extinção
específica a 270 nm ao longo do tempo de armazenamento para o óleo bruto de noz-pecã 60
Tabela 10. Evolução dos parâmetros índice de acidez e umidade e compostos voláteis ao longo
do tempo de armazenamento para o óleo bruto de noz-pecã
Tabela 11. Termos descritores, definições e referências utilizadas para o treinamento sensorial
descritivo
Tabela 13. Médias de aceitação do óleo de noz-pecã em função do tempo de vida de prateleira. 68

#### 1 INTRODUÇÃO

A idéia de manutenção da saúde, prevenção e a cura de doenças vem sendo assunto de grande relevância nos últimos tempos. Com isso, é crescente a preocupação com o consumo de alimentos de elevada qualidade nutricional, o que estimula a produção e as pesquisas relacionadas a alimentos que contenham nutrientes que possam trazer benefícios à saúde.

Nesse contexto, o consumo de alimentos como nozes passa a ser incentivado, já que as mesmas possuem elementos recomendados na dieta diária fazendo parte de uma dieta saudável como a do Mediterrâneo. Na tradicional população Mediterrânea, as taxas de mortalidade por doenças cardíacas coronárias e câncer são consideravelmente baixas. Estudos epidemiológicos sugerem a existência de uma ligação entre o consumo frequente de nozes e a redução da incidência de doenças cardíacas coronárias (KORNSTEINER et al., 2006). Essas propriedades podem ser atribuídas ao perfil de ácidos graxos da fração lipídica, em particular ácidos graxos mono e polinsaturados (CREWS et al., 2005). Em particular, as nozes são fontes ricas de proteínas, ácidos graxos insaturados, fibras, fitoesteróis e micronutrientes, como os tocoferóis (KORNSTEINER et al., 2006).

Em relação à conservação e estabilidade dos alimentos, os antioxidantes desempenham papel fundamental, de relevante importância em produtos de elevado teor lipídico como as nozes, já que os lipídios sofrem degradação durante o processamento e armazenamento, resultando em alterações dos principais parâmetros de qualidade, como cor, sabor, aroma e valor nutritivo, afetando a adequação ao consumo e, inclusive, o valor comercial (NOGALA-KALUCKA, et al., 2005).

No Brasil, são produzidos principalmente os seguintes tipos de nozes: castanha-do-Brasil, castanha-de-caju, macadâmia e pecã. O Rio Grande do Sul produz somente pecã, constituindo-se no estado brasileiro de maior produção desta noz, seguido pelo Paraná e Santa Catarina (ORTIZ, 2000). Atualmente, existem vários trabalhos contendo dados que contribuem para a caracterização da castanha-do-Brasil, castanha-de-caju e da noz macadâmia, destacando-se o fato de o Brasil ser o maior produtor de castanha-do-Brasil (GUTIERREZ et al., 1997), como também a existência de produção comercial de noz macadâmia em países como Estados Unidos, Austrália

e Nova Zelândia (RODRIGUES, et al., 2005). Entretanto, são escassas as informações a respeito da noz-pecã produzida no Brasil, apesar de sua crescente produção nos estados do sul do país. Esse aumento de produção abre caminho para o aumento do mercado consumidor de nozes e de seus subprodutos, além da produção do óleo. Dessa maneira, são necessários trabalhos para determinar as características físico-químicas e nutricionais deste tipo de noz produzida no sul do país, ampliando suas formas de utilização e disponibilizando aos consumidores alimentos de qualidade.

#### 2 OBJETIVOS

#### Objetivo geral

Determinar a composição nutricional da noz e da torta de noz-pecã e estudar as alterações na qualidade da noz e do óleo de noz-pecã durante o armazenamento.

#### Objetivos Específicos

Determinar a composição nutricional básica da noz e da torta de noz-pecã.

Determinar a qualidade da noz-pecã durante o armazenamento em diferentes embalagens (potes plásticos de polipropileno e filmes plásticos de nylon-polietileno a vácuo), através de índices físico-químicos e de análise sensorial.

Determinar a vida de prateleira da noz-pecã em diferentes embalagens.

Determinar as características físico-químicas do óleo de noz-pecã obtido por prensagem a frio e determinar sua estabilidade oxidativa.

Determinar o perfil de ácidos graxos e de tocoferóis do óleo de noz-pecã obtido por prensagem a frio.

Determinar as alterações físico-químicas e sensoriais que ocorrem no óleo de noz-pecã durante o armazenamento.

#### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 Características, produção e beneficiamento da noz-pecã

A noz-pecã é originária dos Estados Unidos e, dentre as nozes conhecidas, uma das mais antigas. O nome pecã é derivado da palavra indígena *pacaan* que inclui outros tipos de nozes e que também era utilizada para identificar *todas as nozes que necessitavam de uma pedra para serem rompidas*. Ela é nativa das regiões Central e Norte da América do Norte, das matas de margens de rios, desde o Nebraska e Iowa nos Estados Unidos, até Oaxaca, no Sul do México (VENKATACHALAM, 2004).

A noz-pecã era amplamente utilizada no período pré-colonial. As tribos nativas dos Estados Unidos e do México a utilizavam como sua principal fonte de alimento durante o outono. Especula-se que a partir dessa noz era produzida uma bebida fermentada e tóxica chamada *Powcohicora*. A nomenclatura botânica atual para pecã é *Carya illinoinensis* (Wangenh.) K. Koch e pertence à família *Junglandaceae*, a qual também inclui vários outros tipos de nozes (VENKATACHALAM, 2004).

A longevidade da nogueira-pecã pode superar 200 anos. Ela é uma árvore que pode atingir grande porte, superando 40 metros de altura, 40 metros de diâmetro de copa e 20 metros de circunferência de tronco. A planta é monóica, com flores masculinas e femininas separadas e as flores são dióicas. O fruto é uma drupa, agrupando—se em cachos com normalmente três a sete unidades, com epicarpo que se separa do fruto na maturação. A parte aproveitável representa entre 40 e 60% do fruto. O tamanho das nozes é bastante variável de acordo com a cultivar, sendo necessárias de 60 a 160 nozes para atingir o peso de 1kg (INC, 2004; ORTIZ, 2000).

A produção industrial de noz-pecã teve seu início há mais de cem anos, sendo, atualmente, os Estados Unidos responsáveis por mais de 80 % da produção mundial de noz-pecã (VENKATACHALAM, 2004). Outros países produtores incluem México, Austrália, Israel, Brasil e Argentina. No Brasil, a nogueira-pecã foi introduzida pelos pioneiros da imigração norte-americana no país, que estabeleceram núcleos em Santa Bárbara do Oeste e Americana, no estado de São Paulo (ORTIZ, 2000). Conforme o Ministério da Agricultura (dados de 2003), a

lavoura permanente de nozes no Brasil produz cerca de 1.022 kg/ha, totalizando aproximadamente duas mil toneladas de nozes ao ano (BRASIL, 2007).

O Brasil é um importante produtor de nozes e amêndoas, como castanha-do-Brasil, castanha-de-caju, noz macadâmia e noz-pecã. A produção de noz-pecã é restrita a alguns poucos estados, concentrando-se principalmente no Rio Grande do Sul, seguido por Santa Catarina, Paraná e São Paulo. Apesar de já existirem muitos pomares, totalizando cerca de vinte mil árvores, há uma forte tendência ao aumento da produção dessa noz devido principalmente à presença de indústrias beneficiadoras no Rio Grande do Sul e a um projeto de expansão dos pomares de nogueiras, apoiado pela EMATER — RS (Associação Riograndense de Empreendimentos de Assistência Técnica e Extensão Rural), voltado à complementação de renda para os pequenos produtores rurais. Assim, muitos pomares que se encontravam em situação de abandono vêm sendo recuperados, outros muitos expandidos e implantados. (EMATER, 2007; ORTIZ, 2000).

A colheita e o beneficiamento da noz-pecã são processos relativamente simples. Após a colheita das nozes, que ocorre com a abertura do epicarpo e a queda do fruto, as mesmas são colocadas em sacos e transportadas para a indústria beneficiadora. Na indústria, as nozes são submetidas a determinadas etapas de processamento. A primeira etapa constitui-se por uma lavagem inicial com a utilização de água fria, que remove solo, matéria orgânica e impurezas e é seguida pela primeira separação por tamanho, na qual as nozes passam por uma peneira e são separadas em diferentes tamanhos ainda inteiras. Na segunda lavagem é utilizada água aquecida a uma temperatura de 80°C durante cinco minutos com o objetivo de inativação de enzimas e eliminação de microrganismos. Terminada toda a etapa de inicial de limpeza, ocorre o descascamento, na qual as cascas são quebradas e separadas das sementes. Simultaneamente é realizada a segunda separação por tamanho, onde as nozes descascadas são separadas em diferentes tamanhos através de peneiras. Na sequência é realizada a etapa de secagem, na qual as nozes são submetidas à temperatura máxima de 40°C para a remoção da umidade das sementes. A umidade final deve atingir o valor máximo de 4 %. Ao final do processo de secagem, as nozes são submetidas à terceira separação por tamanho e também à classificação. Nesta etapa, as nozes passam por esteiras e são selecionadas manualmente por tamanho, além disso, são eliminadas as sementes que não correspondam aos padrões de qualidade. A etapa final é a embalagem, onde as nozes são acondicionadas em potes de polipropileno com capacidade para 100 g ou a vácuo, em filmes de nylon-polietileno com capacidade de 1 kg.

Devido ao seu sabor agradável e sua crocância, a noz-pecã é muito apreciada, sendo empregada, por essa razão em uma ampla variedade de alimentos, incluindo produtos de padaria, confeitaria e doces. Também são utilizadas em saladas, sobremesas, sorvetes e como snack (crua, tostada ou salgada). Ela pode ser comercializada com casca ou descascada em metades, em pedaços de diferentes tamanhos ou ainda como farinha (ORTIZ, 2000).

Em muitas partes do mundo, como no Oriente Médio e Ásia, as nogueiras são cultivadas para a utilização do óleo, principalmente como óleo gourmet, podendo também ser utilizado na fabricação de óleos essenciais, cosméticos e medicamentos (SHAHIDI e MIRALIAKBARI, 2005; VENKATACHALAM, 2004). No Brasil, esta produção ainda é muito modesta, mas com o crescente consumo de nozes, o mercado vem se expandindo e abrindo espaço para a produção do óleo e dos subprodutos, casca e farinha desengordurada.

A noz-pecã, assim como outros tipos de nozes, é uma ótima fonte de energia, fornecendo cerca de 700 kcal/100 g de porção comestível. O conteúdo total de carboidratos e fibras da noz-pecã varia entre 13-18 % e 2-10 %, respectivamente e o teor de proteínas atinge aproximadamente 10 %, com uma grande variedade de aminoácidos. O total de açúcares atinge níveis muito baixos, de cerca de 0,02 %. Além disso, essas nozes são importantes fontes de minerais, como fósforo, potássio, magnésio, cobre, zinco, ferro e de vitaminas, principalmente vitamina E (KORNSTEINER et al., 2006; VENKATACHALAM, 2004).

O conteúdo de lipídios da noz-pecã varia de 60 a 75 %, dependendo da cultivar, da localização, ano de produção, composição do solo e época de colheita. Como a maioria das nozes, a pecã contém ácidos graxos com 16 ou mais carbonos. Cerca de 98 % dos triglicerídeos são compostos pelos ácidos palmítico, esteárico, oléico, linoléico e linolênico. Os ácidos graxos insaturados representam cerca de 93 % da composição lipídica e o ácido oléico é o ácido graxo predominante (INC, 2007). A composição em ácidos graxos é de grande importância, pois a grande maioria dos efeitos benéficos à saúde que a noz-pecã oferece são atribuídos a ela e aos antioxidantes presentes no óleo.

Há alguns anos, ocorreu um pequeno declínio no consumo de nozes, provavelmente devido a referências sobre problemas causados pelo consumo de alimentos gordurosos. De fato, existe um consenso geral a respeito de que o consumo de gorduras pode apresentar riscos à saúde. Entretanto, é necessário considerar o tipo de gordura que é consumida, visto que a composição dos ácidos graxos pode influenciar vários processos fisiológicos e bioquímicos, incluindo a regulação da pressão arterial, o metabolismo da glicose e dos lipídios, a agregação plaquetária e a deformação dos eritrócitos (AMARAL et al., 2003).

Desde os tempos da agricultura primitiva até o presente, as nozes são consumidas como parte da dieta humana, fornecendo macro e micronutrientes e outros componentes bioativos. Elas fazem parte de uma dieta saudável, como a do Mediterrâneo, onde as taxas de mortalidade por doenças cardíacas coronárias e câncer são consideravelmente baixas na população local. Estudos epidemiológicos sugerem a possibilidade de existência de uma ligação entre o consumo freqüente de nozes e a redução da incidência de doenças cardíacas coronárias. A adição de nozes à dieta é apontada por melhorar o perfil lipídico sangüíneo com também sua provável ação via redução do colesterol total plasmático e do LDL – colesterol (KORNSTEINER et al., 2006; CREWS et al., 2005). Além disso, uma pesquisa recentemente publicada nos Estados Unidos revelou que a nozpecã possui a maior capacidade antioxidante entre todos os alimentos testados e o maior conteúdo de compostos fenólicos entre o grupo das nozes, podendo ser capaz de reduzir a incidência de doenças crônicas, incluindo Alzheimer, mal de Parkinson, alguns tipos de câncer e outras doenças degenerativas (VILLARREAL-LOZOYA et al., 2007).

#### 3.2 Lipídios

O termo lipídio é usado para designar uma ampla variedade de compostos orgânicos insolúveis em solventes polares e solúveis em solventes apolares. Entre estes compostos estão os óleos e gorduras, as vitaminas lipossolúveis, hormônios, além de componentes não protéicos das membranas celulares (CHAMPE e HARVEY, 1996).

Quimicamente, os lipídios são misturas de glicerídios que podem ser formados pela associação entre o glicerol e uma, duas ou três moléculas de ácidos graxos. Estes, por sua vez, são classificados como saturados, monoinsaturados, ou polinsaturados, de acordo com o número

de duplas ligações que contêm. Os ácidos graxos saturados são encontrados predominantemente em alimentos como carne, ovos, leite e derivados, na gordura do côco e em gorduras vegetais hidrogenadas. O ácido oléico é o mais comum dos ácidos graxos monoinsaturados e existe na maioria das gorduras animais, bem como nas azeitonas, sementes e nozes. Os ácidos graxos polinsaturados estão presentes nos óleos vegetais, na gordura dos animais marinhos e no fitoplâncton (NOVAIS, 2000).

As características químicas, físicas e a estabilidade frente aos processos oxidativos são determinadas pelos triglicerídeos presentes nos óleos e gorduras. Outros compostos presentes como os tocoferóis e tocotrienóis, esteróis, colesterol, fosfolipídios, ácidos graxos livres, álcoois graxos, fenóis, clorofilas, carotenóides, ceras, hidrocarbonetos, diglicerídios, monoglicerídios e traços de metais podem contribuir para a alteração dessas características (ZAMBIAZI, 1999).

#### 3.3 Oxidação lipídica

A utilização de lipídios oferece um risco potencial ao manejo e à conservação das matérias-primas e dos produtos que os contêm, devido à sua suscetibilidade em desenvolver o processo de rancidez oxidativa (VALENZUELA e NIETO, 2001). A rancidez é o tipo mais importante de deterioração, devido às gorduras comestíveis conterem triglicerídios insaturados. Ela é um processo complexo que envolve numerosas reações que promovem uma variedade de alterações físicas e químicas. Essas reações, muitas vezes, ocorrem simultaneamente e competitivamente e envolvem, principalmente, a oxidação de ácidos graxos polinsaturados presentes em diferentes níveis na maioria dos óleos e gorduras de origem vegetal e são consideradas como reações fundamentais na química de lipídios. Elas resultam no desenvolvimento de sabor desagradável e na destruição de outros compostos como vitaminas (A, D, E, K e C), ácidos graxos essenciais, clorofilas, carotenóides, aminoácidos, proteínas ou enzimas, reduzindo a vida útil e comprometendo a integridade e segurança dos alimentos pela produção de compostos fisiologicamente ativos (RAMALHO e JORGE, 2006; MASKAN e KARATAS, 1999).

Os ácidos graxos insaturados são mais suscetíveis às reações oxidativas que os saturados devido à presença de duplas ligações entre átomos de carbono vizinhos, pois as duplas ligações

são mais fracas e, portanto, mais vulneráveis à oxidação (ZAMBIAZI, 1999). Os lipídios são apenas uma parte do alimento, entretanto, é difícil encontrar um componente alimentício que não seja capaz de afetar a oxidação lipídica (KOLAKOWSKA, 2003).

As reações oxidativas são afetadas por vários fatores, como a composição em ácidos graxos, conteúdo e atividade de pró e antioxidantes, radiação, temperatura, presença de íons metálicos, pressão de oxigênio, superfície de contato com o oxigênio e atividade de água (KOLAKOWSKA, 2003). Elas são iniciadas por espécies reativas de oxigênio, responsáveis pela formação de vários produtos primários, como os hidroperóxidos, que não tem sabor nem odor e também de produtos secundários, como aldeídos e cetonas que são modificadores de sabor e odor muito potentes (NOGALA-KALUCKA, et al., 2005; HRAS et al., 2000).

A oxidação dos lipídios pode ocorrer através de uma reação em cadeia entre radicais livres (autoxidação), pela fotoxidação, e/ou pela rota da lipoxigenase. O mecanismo de autoxidação é basicamente explicado por envolver reações de radicais livres, enquanto a fotoxidação e a rota da lipoxigenase diferem dela apenas no estágio de iniciação (WANASUNDARA e SHAHIDI, 2005).

A prevenção ou o retardamento do desenvolvimento deste processo é de primordial importância para a conservação dos produtos e para evitar ou minimizar os riscos para a saúde humana e animal, devido à toxicidade dos compostos poliméricos que são produzidos. Ao processo oxidativo também são atribuídos grandes custos e perdas aos produtores e consumidores, devido à necessidade que surge de se descartar os produtos frente ao aparecimento da rancidez (VALENZUELA e NIETO, 2001).

#### 3.3.1 Autoxidação

A autoxidação é assim denominada pelo fato de que o grau da mesma aumenta à medida que a reação progride. A oxidação de um lipídio é iniciada pelo ataque do oxigênio molecular às duplas ligações dos ácidos graxos insaturados que o compõem (GORDON, 2001). O oxigênio molecular é quimicamente pouco reativo, por isso ataca as duplas ligações somente em condições extremas, como alta temperatura e/ou pressão. Dessa forma, é pouco provável que ele inicie um processo de rancidez oxidativa. Porém, a estrutura eletrônica do oxigênio permite que ele possa

receber ou perder elétrons, fazendo com que ocorra um despareamento eletrônico que converte a molécula do oxigênio em um radical livre de alta reatividade química. Por este processo, o oxigênio pode sofrer diferentes tipos de reduções que o transformam em diferentes radicais livres. Os radicais livres de maior importância e reatividade química que se formam a partir da redução seqüencial univalente do oxigênio são o radical livre superóxido e o radical livre hidroxil (VALENZUELA e NIETO, 2001). Eles são formas ativas do oxigênio e podem atacar a estrutura dos ácidos graxos insaturados de um lipídio iniciando o processo de rancidez oxidativa. Essas reações caracterizam o chamado período de iniciação, que é conhecido por gerar radicais livres a partir do substrato (WANASUNDARA e SHAHIDI, 2005). As etapas de redução do oxigênio molecular e a formação de radicais livres estão apresentadas na Figura 1.

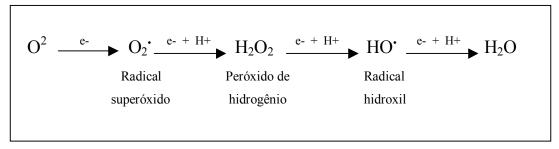


Figura 1. Representação da formação de radicais livres de oxigênio a partir do oxigênio molecular (VALENZUELA e NIETO, 2001).

Para a transformação do oxigênio molecular em radicais livres são requeridos catalisadores, sendo que os metais de valência +2 são os mais importantes. O efeito catalisador dos metais é facilitado pela temperatura, pressão, luz e concentração de oxigênio. A presença de microrganismos pode também facilitar o desenvolvimento do processo oxidativo pelo efeito de enzimas e outras moléculas que favorecem a formação de radicais livres de oxigênio (VALENZUELA e NIETO, 2001).

Quando o radical livre de oxigênio ataca uma molécula de ácido graxo insaturado, esta se converte em um radical livre de alta reatividade, que pode ser atacado pelo oxigênio molecular gerando diferentes tipos de produtos intermediários, como peróxidos, alcóxidos, epóxidos, etc (GORDON, 2001; GRAY, 1985). Estes produtos possuem propriedades radicalares, que ao se estabilizarem subtraem hidrogênios de ácidos graxos, transformando-os em radicais livres de ácidos graxos. Esta etapa, chamada de propagação, é um processo autocatalítico que não requer a

participação dos radicais livres de oxigênio da etapa de iniciação. Durante a propagação, a formação de peróxidos adquire velocidade, acompanhada pelo consumo elevado de oxigênio causando grandes modificações estruturais no lipídio (VALENZUELA e NIETO, 2001).

As transformações moleculares sofridas pelos lipídios durante a propagação geram uma grande variedade de produtos pela ruptura de sua cadeia carbonada. Eles podem ser álcoois, aldeídos, cetonas, hidroperóxidos, hidrocarbonetos alifáticos e aromáticos, geralmente são voláteis e de baixo peso molecular e originam o sabor e o odor das substâncias oxidadas. Esses compostos possuem potencial tóxico e o seu consumo pode acarretar riscos para a saúde. Esta etapa, caracterizada pela formação de produtos secundários e que é responsável pela formação das alterações organolépticas do óleo ou da gordura é conhecida por terminação (GORDON, 2001). As etapas do processo autoxidativo estão representadas na Figura 2.

Entre as três etapas analisadas, a mais importante, em termos do que significa o controle e a prevenção da rancidez oxidativa, é a iniciação. O desenvolvimento no tempo desta etapa é variável, já que depende de muitos fatores, tais como a composição do produto, do recipiente onde ele se encontra, da umidade, temperatura e luz ambientes, etc. O período de tempo necessário para que seja inicada a rancidez oxidativa é conhecido como período de indução. A duração deste período pode ser modificada mediante a adição de antioxidantes aos produtos, com o objetivo de estender o período de indução e, conseqüentemente, prolongar a vida de prateleira dos mesmos (VALENZUELA e NIETO, 2001).

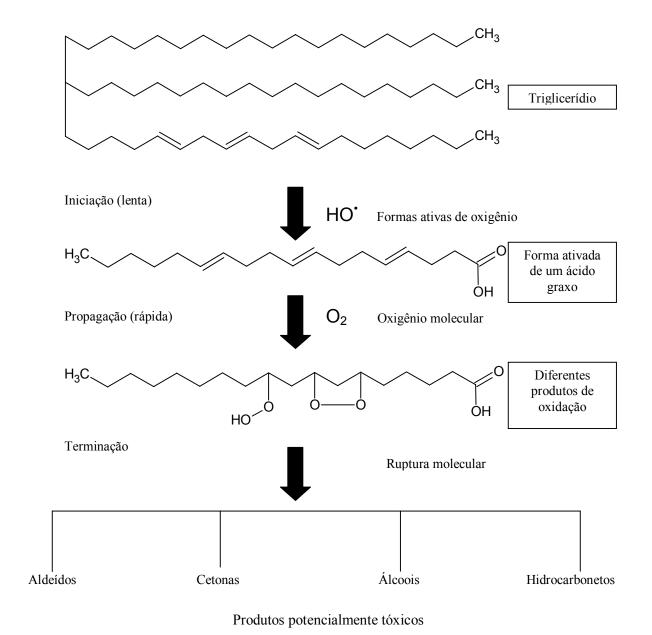


Figura 2. Representação das etapas de iniciação, propagação e terminação do processo autoxidativo (VALENZUELA e NIETO, 2001).

#### 3.3.2 Fotoxidação

A fotoxidação constitui-se em uma rota alternativa que leva à formação de hidroperóxidos em lugar do mecanismo de radicais livres. Neste caso, a excitação das moléculas lipídicas ou do átomo de oxigênio pode ocorrer na presença de luz ou de um sensibilizador. Nessa rota não há período de indução (WANASUNDARA e SHAHIDI, 2005).

O mecanismo da fotoxidação é diferente da autoxidação por radicais livres que ocorre usualmente em alimentos. A oxidação fotossensibilizada ocorre na presença de componentes naturalmente presentes no sistema lipídico e luz. Estes componentes são conhecidos como fotossensibilizadores ou cromóforos, devido à sua capacidade de capturar e concentrar energia luminosa (GORDON, 2001).

A excitação dos fotossensibilizadores causa a absorção de energia pelo oxigênio resultando na formação de oxigênio singleto. Através da absorção de luz ultravioleta (UV) ou de luz visível, um elétron do sensibilizador (sens) é impulsionado a um nível de energia mais elevado. Consequentemente, o sensibilizador torna-se um singleto instável e excitado (¹sens). Uma vez excitado, o sensibilizador passa por uma conversão interna que resulta em dois estados excitados: o singleto (¹sens) e o tripleto (³sens). Uma vez formado o sensibilizador excitado no estado tripleto (³sens), dois caminhos são propostos para a fotoxidação (ZAMBIAZI, 1999). Estes mecanismos estão representados na Figura 3.

$$(sens) + h \Longrightarrow (^{1}sens) \iff (^{3}sens)$$

$$(I) \qquad (^{3}sens) + RH \Longrightarrow R' + 'sens-H$$

$$(II) \qquad (^{3}sens) + ^{3}O_{2} \Longrightarrow ^{1}O_{2}$$

$$^{1}O_{2} + RH \Longrightarrow ROOH$$

Figura 3. Representação dos mecanismos da fotoxidação de lipídios (ZAMBIAZI, 1999).

No mecanismo I, o sensibilizador (sens) absorve luz (h) e interage diretamente com um substrato orgânico (RH), resultando em um radical livre (R') e um sensibilizador intermediário (sens-H). Pelo mecanismo II, o oxigênio molecular (<sup>3</sup>O<sub>2</sub>) é quem irá reagir com o sensibilizador. A transferência de energia do sensibilizador no estado tripleto para o oxigênio é muito rápida. Como resultado, um dos elétrons não pareados do oxigênio tripleto é elevado para um nível maior de energia, produzindo oxigênio excitado no estado singlete (<sup>1</sup>O<sub>2</sub>) (ZAMBIAZI, 1999). O oxigênio singlete é mais reativo que o oxigênio no estado fundamental e, devido a isso, ele é muito instável. Dessa forma, ele reage diretamente com os elétrons das duplas ligações dos ácidos graxos polinsaturados para formar hidroperóxidos diferentes dos que são observados na ausência de luz e de sensibilizadores e que, por degradação posterior, originam aldeídos, álcoois e

hidrocarbonetos. Essa reação acontece cerca de 1500 vezes mais rápido que a reação entre o oxigênio tripleto e um ácido graxo polinsaturado (RAMALHO e JORGE, 2005).

O oxigênio singleto também pode reagir diretamente com um carbono de uma dupla ligação, ocorrendo alteração na posição da dupla ligação e a produção de um hidroperóxido de configuração trans. Este mecanismo é conhecido como reação *ene* (ZAMBIAZI, 1999).

#### 3.4 Hidrólise de Triglicerídios

A hidrólise dos triglicerídios ocorre pela ação de enzimas (lipólise) ou por reações dos glicerídios com água (hidrólise). Essas reações envolvem a quebra dos ésteres das moléculas dos triglicerídios e resultam na formação de diglicerídios, monoglicerídios e ácidos graxos livres, facilitando a ocorrência de degradações oxidativas posteriores e resultando em compostos capazes de gerar odores desagradáveis nos óleos e gorduras que possuem ácidos graxos de cadeia curta (ZAMBIAZI, 1999).

#### 3.5 Antioxidantes

Antioxidantes podem ser definidos como substâncias que, quando presentes em baixas concentrações comparadas àquelas do substrato oxidável podem significativamente retardar ou prevenir a oxidação do substrato (WANASUNDARA e SHAHIDI, 2005). Eles são estruturas capazes de neutralizar os radicais livres de oxigênio que originam a iniciação ou os radicais livres formados pela reação com os ácidos graxos durante a propagação do processo oxidativo (VALENZUELA e NIETO, 2001).

Os antioxidantes podem atuar por dois caminhos: pela ligação de radicais livres, neste caso o composto é descrito como antioxidante primário, ou por um mecanismo que não envolve a ligação direta dos radicais livres, neste caso o composto é um antioxidante secundário. Antioxidantes primários incluem compostos fenólicos como a vitamina E. Estes compostos doam hidrogênios fenólicos aos radicais livres e são consumidos durante o período de indução. Os antioxidantes secundários operam por uma variedade de mecanismos, incluindo a ligação de íons metálicos, seqüestro de oxigênio, conversão de hidroperóxidos em espécies não radicais, absorção de radiação UV ou desativação de oxigênio singleto. Normalmente, antioxidantes

secundários apenas mostram atividade antioxidante quando outro componente está presente. Isto pode ser observado no caso de agentes seqüestrantes, como o ácido cítrico, que é efetivo apenas na presença de íons metálicos e agentes redutores como ácido ascórbico, que é efetivo na presença de tocoferóis ou de outros antioxidantes primários (KOLAKOWSKA, 2003; GORDON, 2001).

Para que uma substância possa ser um antioxidante, ela precisa possuir uma estrutura química que lhe permita não apenas ligar radicais livres, mas também estabilizá-los para que os mesmos não possam propagar o processo oxidativo. Do ponto de vista químico, as estruturas fenólicas e polifenólicas são as mais adequadas para atuarem como antioxidantes, já que podem estabilizar um radical livre de oxigênio ou de um ácido graxo doando um hidrogênio e estabilizando internamente o radical livre originado, formando um produto estável (VALENZUELA e NIETO, 2001).

Alimentos de origem vegetal, como frutas, vegetais verdes e grãos, têm sido sugeridos como fontes de antioxidantes naturais. Estudos indicam que nozes podem ser fontes de compostos como tocoferóis, ácidos fenólicos e esteróis vegetais. A noz-pecã, particularmente, é conhecida por possuir bons níveis de tocoferóis, principalmente γ-tocoferol. Além disso, ela se destaca por exibir os maiores níveis de compostos fenólicos entre o grupo das nozes. Como os radicais livres são conhecidos por desempenharem papel chave na patologia de doenças, como câncer, aterosclerose e doenças inflamatórias, o suplemento de antioxidantes via cadeia alimentar é de grande importância para uma vida saudável, o que estimula o consumo deste tipo de alimento (KORNSTEINER et al., 2006).

#### 3.5.1 Tocoferóis

Tocoferóis e tocotrienóis são compostos naturais com atividade antioxidante amplamente encontrados em diversos tecidos e denominados como vitamina E (WANASUNDARA e SHAHIDI, 2005). Estas estruturas derivam do anel cromanol e são substituídas por um grupamento hidroxila e por um, dois ou três grupos metílicos no anel fenólico. Eles contêm uma longa cadeia lateral terpênica que é saturada no caso dos tocoferóis e insaturada nos tocotrienóis (POKORNÝ e PARKÁNYIOVÁ, 2005). Na substituição com grupamentos metílicos, vários

tocoferóis são possíveis, mas apenas quatro existem em óleos vegetais, dando origem aos homólogos  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ - e  $\delta$ -tocoferóis e tocotrienóis (AHMED et al., 2005). A estrutura química dos tocoferóis e tocotrienóis está demonstrada na Figura 4.

#### Tocoferóis

HO

$$R_2$$
 $R_3$ 
 $R_1$ 
 $R_2$ 
 $R_3$ 
 $CH_3$ 
 $CH_3$ 

#### Tocotrienóis

Figura 4. Estruturas químicas dos tocoferóis e tocotrienóis (SHAHIDI e ZHONG, 2005).

Eles podem ser encontrados nos óleos vegetais polinsaturados na forma livre e no gérmen das sementes dos cereais, enquanto os tocotrienóis são encontrados na camada de aleurona e subaleurona das sementes de cereais e no óleo de palma. Suas principais fontes são as frutas, verduras, cereais e os óleos vegetais. Dentre os óleos derivados de nozes, óleos de amêndoas e de avelãs são ricos em  $\alpha$ -tocoferol e os óleos de noz da Pérsia e de noz-pecã são ricos em  $\gamma$ -tocoferol (KORNSTEINER et al., 2006; KAMAL-ELDIN, 2005).

Os tocoferóis são conhecidos como bons antioxidantes e são capazes de inibir a oxidação lipídica em alimentos pela estabilização dos radicais livres que influenciam as reações em cadeia (O'BRIEN, 2004). Nas reações com radicais livres, os tocoferóis podem suspender a ação dos radicais peroxil por dois mecanismos distintos. O primeiro, através da doação de hidrogênios aos radicais peroxil para a produção de hidroperóxidos (I) e o segundo, através da reação entre o tocoferol oxidado (radical tocoperoxil) e um segundo radical peroxil (II) (KAMAL ELDIN et al., 2005). Estes dois mecanismos estão apresentados na Figura 5.

Figura 5. Mecanismo de ação antioxidante de tocoferóis (VERLEYEN et al., 2001).

A atividade antioxidante é significativamente afetada pelos hidrogênios do grupo hidroxil e pela sua habilidade em formar radicais tocoferóis que são capazes de reagir entre si e formar dímeros e trímeros. Ao final, estes radicais são inativados e são geradas moléculas que possuem atividade antioxidante menor que a dos tocoferóis iniciais. As formas radicais livres de tocoferóis podem ser secundariamente regeneradas nos sistemas onde ácido ascórbico e glutationa estiverem presentes (NOGALA-KALUCKA, 2003).

Os tocoferóis geralmente não são os principais componentes dos óleos vegetais, mas sua presença é vital para estabilizar os ácidos graxos insaturados desses óleos contra a deterioração oxidativa (KAMAL-ELDIN, 2005).

Para Alasalvar et al. (2003), os tocoferóis são particularmente importantes nos óleos de nozes devido ao fato de possuírem função nutricional em humanos como vitamina E e apresentarem atividade antioxidante *in vivo* e *in vitro*. Sabe-se que o isômero α- é mais ativo biologicamente, enquanto o isômero-γ é conhecido como melhor antioxidante e que aparece principalmente em óleos ricos em ácido linolênico (O'BRIEN, 2004; KOLAKOWSKA, 2003).

Conforme Isnardy et al. (2003), em relação a produtos que contenham óleos vegetais, a atividade de vitamina E diminui, enquanto a atividade antioxidante aumenta na ordem  $\alpha$ -,  $\beta$ -,  $\gamma$ - e  $\delta$ -tocoferóis. Segundo os autores, o  $\alpha$ -tocoferol age como um pró-oxidante quando presente em altas concentrações em lipídios autoxidáveis. Foi constatado por alguns autores que especialmente em altas temperaturas, superiores a  $100^{\circ}$ C, o  $\delta$ -tocoferol foi o antioxidante mais ativo e que, o aumento da atividade antioxidante na ordem  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \gamma \rightarrow \delta$ , raramente pode ser observado, salvo em condições de baixas temperaturas (LAMBELET et al., 2001).

Nos países Mediterrâneos, provavelmente o α-tocoferol seja o isômero predominantemente consumido, devido ao fato de o óleo de oliva ser um dos principais componentes da dieta local. Por outro lado, o γ-tocoferol é conhecido como o maior componente da vitamina E na dieta Norte Americana e o segundo tocoferol mais comum no sangue humano. Apesar de no passado o γ-tocoferol ter recebido relativamente pouca atenção, recentemente muitas pesquisas a respeito desse composto têm sido conduzidas. Há estudos que sugerem que ele pode estar associado com a redução dos níveis de colesterol sangüíneos e de morte por doenças cardiovasculares, assim como resultados epidemiológicos e experimentais sugerem que esse composto possa agir como um provável agente preventivo do câncer (AMARAL et al., 2005).

A atividade antioxidante de tocoferóis é dependente da sua concentração, temperatura, luz, tipo de substrato e de solvente, bem como da presença de sinergistas e de espécies químicas que possam agir como pró-oxidantes. A inibição da produção de peróxidos e a eficiência dos tocoferóis homólogos também dependem do sistema lipídico testado (NOGALA-KALUCKA et al., 2005; BRAMLEY et al., 2000).

Além disso, os tocoferóis, em associação com polifenóis e outras substâncias contribuem para a estabilização dos óleos de nozes e sua quantidade pode refletir o estado oxidativo do mesmo (ALASALVAR et al., 2003).

#### 3.6 Vida de prateleira de nozes

Segundo Kaya et al., (1993), o principal objetivo da determinação da vida de prateleira é predizer as alterações de qualidade que um alimento pode sofrer em função do tempo e das condições ambientais, incluindo temperatura, umidade relativa, oxigênio, transparência e permeabilidade ao oxigênio do material de armazenagem. Para predizer a estabilidade aproximada de armazenamento de um produto alimentício, é necessário conhecer as reações que podem ocorrer no mesmo sob condições específicas. Essa informação é necessária no auxílio do consumidor, incentivando a escolha de produtos apropriadamente embalados.

Uma das mais importantes reações relacionadas à redução da qualidade é a oxidação dos produtos alimentícios. Devido às conseqüências do desenvolvimento da oxidação nos alimentos, é essencial que a informação sobre a estabilidade oxidativa dos mesmos seja obtida antes da comercialização. Conforme Nogala-Kalucka et al. (2005), essas são as razões pelas quais a avaliação da extensão da degradação oxidativa de gorduras, óleos e alimentos contendo lipídios é essencial para a indústria de alimentos.

No caso das nozes, a estabilidade das sementes e de seus óleos extraídos é diretamente dependente do manuseio que ocorre durante o período de colheita, processamento e armazenagem. Além destes, a região de produção e a variedade cultivada também são fatores importantes. Parâmetros como o teor de tocoferóis e o índice de peróxido dependem não somente da variedade, mas também do solo e do clima (GARCÍA-PASCUAL et al., 2003).

As nozes são alimentos que tendem a desenvolver rancidez rapidamente se armazenadas a temperatura ambiente. Para reduzir o desenvolvimento de odores desagradáveis, algumas técnicas podem ser utilizadas no período pós-colheita. Elas incluem a utilização de diferentes materiais de embalagem, atmosferas modificadas ou temperaturas de refrigeração (GARCÍA-PASCUAL et al., 2003).

Quando os alimentos são embalados, a sua qualidade e a vida de prateleira são determinadas principalmente pelas propriedades de barreira da embalagem contra umidade, oxigênio e a interação de constituintes do alimento com o material da embalagem. A principal função das embalagens é minimizar reações que afetam a estabilidade dos produtos contidos.

Quando as reações ocorrem espontaneamente sem agentes externos, a embalagem não afeta a estabilidade. Em muitos casos, reagentes gasosos presentes no ambiente, vapor d'água e oxigênio podem restringir seriamente a estabilidade de alimentos sob condições normais de armazenagem (PRADO-FILHO, 1994).

A função das tecnologias de atmosfera controlada ou modificada consiste em reduzir a taxa de respiração e o crescimento microbiológico, como também retardar as alterações enzimáticas pelas trocas gasosas com o ambiente. Isto pode ser atingido pela redução da concentração de oxigênio que é requerido na respiração ou pela adição de um gás inibitório como dióxido de carbono (MAZZA e JAYAS, 2001).

Em relação a amêndoas, é aconselhável que as mesmas sejam armazenadas com casca até que sejam consumidas. Segundo Somogyi (1996), as pecãs com casca, depois de secas são armazenadas sob refrigeração e descascadas apenas antes da comercialização. Sem a casca, as sementes sofrem rapidamente alterações oxidativas que reduzem a vida de prateleira, já que o descascamento das nozes e castanhas expõe as amêndoas ao contato direto com o ar, facilitando a ocorrência destas reações (GARCÍA-PASCUAL et al., 2003; RIBEIRO et al. 1993). Erickson et al. (1994), recomendaram o armazenamento de pecãs sob refrigeração, como indicativo da manutenção da qualidade das mesmas durante a estocagem. Entretanto, na prática comercial, muitas vezes o armazenamento das nozes ocorre à temperatura ambiente, o que pode acelerar a autoxidação e resultar em alterações indesejáveis na cor e no odor.

Sabe-se que o oxigênio é necessário para a oxidação de gorduras. A pressões de oxigênio muito baixas, a razão de oxidação é baixa. Assim, um método comum de controle das reações de oxidação é reduzir a concentração de oxigênio na atmosfera de armazenagem do alimento através de vácuo ou adição de nitrogênio. Esse procedimento pode ser empregado para alimentos secos ou de umidade intermediária com o objetivo de prevenir o crescimento microbiano aeróbico e a oxidação lipídica, removendo o oxigênio atmosférico de alimentos ricos em lipídios, prolongando a vida de prateleira dos mesmos (MASKAN e KARATAS, 1999).

#### 3.7 Métodos Analíticos

Várias técnicas químicas, instrumentais e sensoriais são usadas para monitorar a oxidação de alimentos, predizer a sua vida de prateleira e avaliar a efetividade dos antioxidantes nos diferentes sistemas lipídicos. Para isso, as técnicas utilizadas baseiam-se no conhecimento da composição, e das propriedades estruturais e funcionais dos alimentos A seguir, alguns desses métodos utilizados para monitorar a oxidação em óleos e gorduras serão descritos.

#### 3.7.1 Índice de Peróxido (IP) - (Cd 8 - 53)

O índice de peróxido consiste em uma medida do processo oxidativo nos seus estágios iniciais, determinando as concentrações de hidroperóxidos capazes de oxidar o iodeto de potássio, ou seja, quantifica a concentração de substâncias que oxidam o iodeto de potássio (em miliequivalentes de peróxido ou oxigênio por 1000 g de amostra). O índice de peróxido é um dos testes químicos mais utilizados para determinação da qualidade de óleos e gorduras, entretanto, ele não oferece uma avaliação completa do material devido à sua natureza transitória, o que faz com que o mesmo atinja valores máximos e então passe a diminuir no decorrer do tempo de armazenamento. Essa redução ocorre devido à transformação dos compostos quantificados em outros compostos não peróxidos. Dessa forma, um índice de peróxido baixo não significa necessariamente, um material de boa qualidade (O'BRIEN, 2004).

Baseado nessas informações, a determinação do índice de peróxido não pode oferecer sozinha uma medida diretamente relacionada com o estado de oxidação de um óleo ou gordura, mas segundo Capella (1981), a análise simultânea deste parâmetro físico-químico em combinação com dienos conjugados fornece um quadro bastante satisfatório do estado de oxidação do produto, fornecendo informações mais precisas do estado oxidativo do que cada um deles isoladamente.

Conforme a ANVISA, óleos que foram recém refinados devem ter o índice de peróxido próximo de zero, sendo o limite estabelecido para óleos brutos de 14 meq/kg (BRASIL, 2005). Entretanto, antes desses índices serem atingidos pode-se detectar problemas sensoriais graves de odor e sabor (ROSSEL, 1983).

#### 3.7.2 Extinção Específica (extinção específica) - (Ch 5-91)

A oxidação de óleos e gorduras que contém ácidos graxos insaturados provoca alterações na posição das duplas ligações com a formação de compostos conjugados. Essas alterações envolvem um mecanismo de subtração do hidrogênio alicíclico, seguida pela migração da dupla ligação, resultando em dienos conjugados, os quais demonstram uma absorção intensa a 232 nm, da mesma forma que os trienos, demonstram uma absorção a 270 nm (GRAY, 1985).

A medida do valor de extinção específica é utilizada na avaliação do processo oxidativo, uma vez que que durante as etapas iniciais de autoxidação de ácidos graxos polinsaturados, ocorre um aumento de peróxidos paralelo ao incremento na absorção de UV pelas duplas ligações conjugadas (HILST, 1999).

#### 3.7.3 Índice de Estabilidade de Óleos (Oil Stability Index – OSI) - (Cd 12b – 92)

Consiste em uma determinação realizada a partir de equipamentos disponíveis comercialmente (Rancimat ou Omnion Instrument). Estes instrumentos medem o aumento na condutividade elétrica da água, como resultado da geração de compostos voláteis de oxidação (principalmente compostos de ácido fórmico e ácido acético) quando o óleo ou o produto gorduroso é aquecido sob fluxo de ar contínuo. Normalmente, a curva de oxidação que é formada indica o período de indução, seguida por uma elevação da curva resposta como resultado do aumento da razão de oxidação. O resultado para este tipo de teste é quantificado como o tempo em horas que é requerido até o fim do período de indução para a amostra testada (O'BRIEN, 2004).

#### 3.7.4 Índice de Acidez - (Ca 3d-63)

O índice de acidez pode ser definido como a quantidade (mg) de hidróxido de potássio necessária para neutralizar os ácidos graxos livres de 1 g da amostra de óleo em análise, também podendo ser expresso em mL de solução normal v/p ou em g de ácido oléico p/p. (AOCS, 2004). Este índice revela o estado de conservação do óleo, visto que a decomposição dos glicerídeos é acelerada pelo aquecimento e pela luz e a rancidez é quase sempre acompanhada pela formação

de ácido graxo livre. A acidez livre de uma gordura não é uma constante ou característica, mas é uma variável relacionada com a natureza e a qualidade da matéria-prima, com a qualidade e o grau de pureza da gordura, com o processamento e, principalmente, com as condições de conservação do óleo (ROSSEL, 1983).

#### 3.7.5 Umidade e Compostos Voláteis – (Ca 2c-25)

A umidade representa para óleos, gorduras e sementes oleaginosas um dos parâmetros de controle mais importantes, já que é conhecido que a estabilidade desses alimentos diminui com o aumento do teor de umidade (KAIJSER et al., 2000). Através deste método, aproximadamente 5g de uma amostra representativa são pesados em um cadinho previamente seco e tarado. A amostra permanece em estufa por 40 minutos a 130°C com circulação de ar. A perda de peso é calculada como umidade e materiais voláteis (O'BRIEN, 2004).

#### 3.7.6 Análise Instrumental de Cor

A aparência é um dos principais fatores analisados pelos consumidores. Os elementos essenciais para a qualidade visual incluem, essencialmente, uniformidade de cor, forma e ausência de defeitos. Através da aparência tem-se a primeira impressão em relação à qualidade do produto que se deseja consumir, visto que na grande maioria das vezes, o consumidor não tem acesso ao odor e ao sabor dos alimentos antes de adquirí-los (AKED, 2000).

Alterações na cor de produtos vegetais podem ser avaliadas por meio de determinações químicas, quantificando o teor de pigmentos ou por meio de medidas físicas. Denominam-se colorimetria os métodos onde se aplicam as propriedades de absorção e transmissão da luz e a conversão desta energia, via filtros apropriados ou modelos matemáticos, em valores com significado em termos de percepção visual (CLYDESDALE, 1984). A colorimetria de três estímulos faz a determinação da cor dos alimentos pelo sistema C.I.E/ L\* a\* b\*. Os resultados obtidos são expressos pelo sistema Hunter com os índices L, a e b. L refere-se à luminosidade da amostra, sendo que valores próximos a 100 representam o branco e próximos a 0 o preto, valores de a positivos tendem ao vermelho e negativos tendem ao verde. Valores de b positivos indicam tendência ao amarelo e negativos para o azul (SANDI et al., 2003).

#### 3.7.7 Análise Sensorial

A avaliação sensorial dos alimentos é uma função primária do homem que, desde sua infância, de forma consciente ou não, aceita ou rejeita os alimentos de acordo com a sensação que experimenta ao observá-lo ou ao ingeri-lo (WARNER, 1995). Essa avaliação é realizada pela percepção de diferentes características relacionadas à aparência, sabor, odor e textura dos alimentos. Além destes fatores, que são intrínsecos ao alimento, existem também os fatores extrínsecos que influenciam na escolha do alimento pelo consumidor, como o valor nutricional e o preço. A qualidade sensorial é a principal característica considerada pelo consumidor na escolha de um produto. Além disso, pode ser utilizada na avaliação da estabilidade dos alimentos, como auxiliar no desenvolvimento de novos produtos, na determinação da aceitação do produto pelo consumidor e também para avaliar os diferentes processos de qualidade (O'BRIEN, 2004; KILCAST, 2000).

A análise sensorial é uma medida direta da resposta humana, por isso pode apresentar grande variação nos resultados. Para reduzir a variabilidade das respostas, é possível utilizar provadores treinados. Provadores não treinados também podem ser utilizados, e, neste caso, na maioria dos testes é necessário um número maior de provadores (KILCAST, 2000).

A seleção da metodologia e dos provadores que fazem parte dos testes é feita de acordo com o objetivo do teste (O'BRIEN, 2004). Existem muitas metodologias disponíveis para os testes sensoriais que são divididas em três classes principais, os testes subjetivos, análise descritiva quantitativa e os testes de aceitabilidade. (MEILGAARD, 1999).

A Análise Descritiva Quantitativa (ADQ) é um método de avaliação sensorial desenvolvido por Stone e Sidel (1993), que identifica, descreve e quantifica os atributos sensoriais de um produto, isto é, descreve as propriedades sensoriais e mede a intensidade em que as sensações foram percebidas pelos provadores.

Existem várias vantagens da ADQ sobre os outros métodos de avaliação, como a confiança no julgamento de uma equipe composta de 10-12 provadores treinados, o desenvolvimento de uma linguagem descritiva objetiva, mais próxima à linguagem do consumidor, o desenvolvimento consensual da terminologia descritiva a ser utilizada, o que

implica em maior concordância de julgamentos entre provadores, além de os produtos serem analisados com repetições e os resultados são analisados estatisticamente (ABNT, 1998).

A aceitação é uma experiência que se caracteriza por uma atitude positiva, medida através do consumo real do alimento, expressando o grau de gostar. Os testes de aceitabilidade, também conhecidos como hedônicos ou afetivos têm como objetivo principal obter uma resposta pessoal (preferência e/ou aceitação) dos consumidores potenciais em relação a um produto ou características específicas deste produto. Para o desenvolvimento deste tipo de teste, a escala hedônica tradicional é muito utilizada. Ela possui nove pontos que expressam graus sucessivos entre gostar e não gostar e é bastante utilizada por requerer pouco tempo para a avaliação, possuir ampla faixa de possibilidades de aplicação, além de poder ser utilizada por provadores não treinados (MEILGAARD et al., 1999).

#### 3.7.8 Análises Microbiológicas

O contato entre nozes, insetos e contaminantes naturais do solo faz com que a sua superfície não esteja livre da contaminação microbiológica durante o crescimento e a colheita. Mesmo que a maior parte dos microrganismos naturalmente presentes não representem perigo aos humanos, é necessário desenvolver uma efetiva descontaminação no processo de preparo desses alimentos para o consumo (PAO et al., 2006). Além de boas práticas de cultivo, faz-se necessário o cuidado na manipulação dos alimentos. Para garantir a boa qualidade microbiológica de nozes, a legislação brasileira, através da Agência Nacional de Vigilância Sanitária, recomenda que sejam realizadas análises de Coliformes a 45°C e *Salmonella* sp (BRASIL, 2001).

#### **4 MATERIAL E MÉTODOS**

#### 4.1 Matéria-prima

Nozes-pecã [*Carya illinoinensis* (Wangenh.) K. Koch] compostas por uma mistura das variedades: Barton (cerca de 50%); Shoshone; Shawnee; Choctaw; Cape Fear, colheita de 2006, provenientes de várias propriedades rurais da região de Cachoeira do Sul, RS.

As nozes foram processadas e embaladas em metades pela Divinut Indústria de Nozes Ltda. em filmes plásticos de nylon-polietileno sob vácuo e, em potes plásticos de polipropileno, ambos com capacidade para 100 g.

Torta de noz-pecã resultante da obtenção do óleo por prensagem a frio.

Óleo de noz-pecã obtido por prensagem a frio das nozes utilizando prensa hidráulica da marca Tecnal, modelo Te 098.

#### 4.2 Métodos

- 4.2.1 Análises realizadas de acordo com a *Association of Official Analytical Chemists* (AOAC, 2005):
  - Umidade (925.09), realizada em estufa com circulação de ar, marca NOVA ÉTICA a 105°C, até peso constante;
  - Proteínas (920.87), determinadas pelo método de microkjeldahl, em aparelho marca TECNAL, modelo TE-044;
  - Lipídios totais (920.85), determinados pelo método de Soxlet, utilizando Éter de Petróleo como solvente em aparelho marca TECNAL, modelo TE-036/1;
    - Fibras totais, solúveis e insolúveis (991.43);
    - Cinzas (923.03);

- Carboidratos, obtido por diferença.
- 4.2.2 Análises realizadas de acordo com a metodologia da *American Oil Chemists Society* (AOCS, 2004):
- Estabilidade oxidativa (Oil Stability Index OSI Cd 12b-92) equipamento *Oxidative Stability Instrument* (Omnion, Rockland, MA), temperatura de 110°C, fluxo de ar de 9 L/h e peso da amostra de 5 g;
- Composição em ácidos graxos (Ce 1 91) Cromatografia Gasosa (CG), utilizando cromatógrafo a gás CGC AGILENT 6850 SERIES GC SYSTEM, equipado com detector de ionização de chama (FID) e coluna capilar DB-23 AGILENT (50% cianopropil) metilpolisiloxane, com fluxo 1,0 mL/min, temperatura do injetor 250°C e temperatura do detector 280°C.
- Teor de tocoferóis (Ce 8-89) Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE), utilizando cromatógrafo Perkin Elmer SERIES 200, detector UV/Visível Perkin Elmer LC 290, coluna Merck 250 mm x 4 mm Li Chrosorb Si 60, comprimento de onda: 292 nm, fase móvel Hexano/Isopropanol (99/1), fluxo1,0 mL/min.
- Extinção específica (Ch 5-91) por absorção UV a 232 e 270 nm, utilizando espectrofotômetro marca HITACHI, modelo U-1800;
- Umidade e compostos voláteis (Ca 2c-25), índice de peróxidos (Cd 8-53), índice de acidez (Ca 3d-63), cor Lovibond (Cc 13b-45), índice de saponificação (Cd 3-25), índice de iodo (Cd 1-25), matéria insaponificável (Ca 6a-40), índice de refração (Cc 7-25).

#### 4.2.3 Análise de cor

Para a avaliação da alteração de cor foi utilizado colorímetro Minolta Chromo Meter CR 400 (Minolta, Osaka, Japão), acoplado a um processador DP-100, com iluminante D65 e ângulo de 10°. Foi utilizado o sistema de avaliação CIE Lab (Comission Internationale de Eclairage), escala de cor L, a, e b, onde L corresponde à luminosidade (0 = preto e 100 = branco); a

corresponde à variação de cor de verde a vermelho (-80 até zero = verde, de zero a +100 = vermelho); **b** corresponde à variação de cor de azul a amarelo (-100 até zero = azul, de zero a +70 = amarelo). Estes parâmetros foram utilizados para o cálculo do índice de escurecimento (IE), que é comumente utilizado como um indicador do escurecimento de alimentos, conforme a equação a seguir (BUERA et al., 1986):

IE = 
$$\underline{100(x - 0.31)}$$
  
0,172  
onde  $x = \underline{a + 1.75L}$   
 $5.645L + a - 3.012b$ 

#### 4.2.4 Análise sensorial

Para a avaliação sensorial das nozes, foram recrutados 45 provadores não treinados entre os professores, funcionários e alunos do Departamento de Ciência e Tecnologia de Alimentos (CAL-CCA-UFSC). As análises foram realizadas a cada 30 dias, sendo a primeira realizada no tempo inicial (mês zero). A cada sessão de análise compareceram, no mínimo, 30 provadores (MEILGAARD et al., 1999).

A análise sensorial das nozes foi realizada em dois dias a cada mês. No primeiro dia foram avaliadas as nozes embaladas em potes de polipropileno e, no segundo dia, as nozes embaladas a vácuo em filmes de nylon-polietileno. Para a avaliação da noz-pecã, foram oferecidas a cada julgador cerca de 5 g de nozes (*in natura*) em metades acondicionadas em materiais descartáveis, codificadas com três dígitos aleatórios. Foi solicitado ao julgador avaliar as características sensoriais do produto em duas etapas a cada sessão de análise. Na primeira etapa, os provadores avaliaram a amostra em relação à aceitabilidade global, em relação à cor e aparência. Na segunda etapa, a análise sensorial foi realizada em cabine fechada com luz colorida para mascarar a cor da amostra. Foi solicitado aos provadores que avaliassem a aceitabilidade da amostra em relação ao sabor, ao odor e à textura. Para este teste foi utilizada uma escala estruturada de nove pontos (1 = desgostei muitíssimo; 9 = gostei muitíssimo), proposta por Meilgaard et al. (1999) e que está representada no Apêndice A.

Para a determinação do padrão de qualidade das nozes através da análise sensorial, foi determinada a nota 6,0 da escala de nove pontos, como limite comercial ou de qualidade (cut-off) (MUÑOZ et al., 1992). Valores inferiores indicavam amostra inaceitável.

A análise sensorial do óleo foi realizada através da análise descritiva quantitativa e análise de aceitação dos consumidores. A análise descritiva quantitativa foi realizada por uma equipe de 12 provadores rigorosamente selecionados e treinados no Laboratório de Análise Sensorial da FEA/UNICAMP.

A análise de aceitação do óleo pelos consumidores foi realizada com cento e vinte apreciadores e consumidores de noz-pecã. Os testes foram realizados em cabines laboratoriais. Os consumidores receberam as amostras de óleo em cálices de cristal codificados com números de três dígitos e cobertos com vidro de relógio que era retirado no momento do teste. As amostras foram analisadas de forma monádica (STONE E SIDEL, 2004), com quatro repetições em blocos completos balanceados (MACFIE e BRETCHELL, 1989) em relação ao aroma, ao sabor e impressão global, utilizando-se a escala hedônica linear não estruturada de 9 cm, ilustrada na Figura 6.

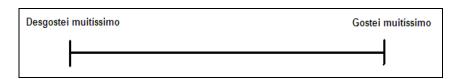


Figura 6. Escala utilizada para análise sensorial do óleo de noz-pecã.

#### 4.2.5 Análise Microbiológica

Foram realizadas mensalmente nas nozes as análises de coliformes a 45°C, *Salmonella* sp e contagem total de bolores e leveduras de acordo com os procedimentos recomendados pela American Public Health Association – APHA (2001).

## **4.3 Procedimento Experimental**

## 4.3.1 Obtenção do óleo para as análises da qualidade das nozes

Anteriormente às análises, porções de 200 g de noz-pecã foram submetidas à prensagem a frio para a obtenção do óleo destinado às análises de qualidade das nozes.

## 4.3.2 Determinação da Composição Nutricional da Noz e da Torta de Noz-pecã

A composição nutricional da noz-pecã e da torta foi determinada conforme os seguintes parâmetros: umidade, proteínas, lipídios totais, fibras totais, solúveis e insolúveis e cinzas. O valor de carboidratos foi obtido pela diferença entre 100 e o somatório das outras determinações.

# 4.3.3 Monitoramento da qualidade das nozes durante o armazenamento em diferentes embalagens

As nozes-pecã embaladas a vácuo em filme plástico de nylon-polietileno e em potes plásticos de polipropileno (ambos com capacidade para 100 g), foram mantidas a temperatura ambiente e umidade relativa monitorada por 150 dias. Os parâmetros umidade e compostos voláteis, índice de peróxidos, índice de acidez e extinção específica foram avaliados a cada 15 dias e as análises microbiológicas, análise de cor e sensorial foram realizadas a cada trinta dias.

#### 4.3.4 Obtenção do óleo de noz-pecã

Para a obtenção do óleo de noz-pecã foram utilizadas nozes em metades embaladas a vácuo em sacos de nylon-polietileno com capacidade para 1 kg. Foram utilizadas porções de 200 g de nozes, que proporcionaram a obtenção de cerca de 90 mL de óleo a cada prensagem.

# 4.3.5 Caracterização físico-química, composição em ácidos graxos e de tocoferóis do óleo de noz-pecã

Após a obtenção, o óleo foi caracterizado através das seguintes análises: índice de acidez, teor de umidade e compostos voláteis, índice de peróxido, índice de saponificação, índice de

iodo, cor Lovibond, extinção específica, matéria insaponificável, índice de refração, composição em ácidos graxos, teor de tocoferóis e estabilidade oxidativa (OSI).

A determinação da composição em ácidos graxos, teor de tocoferóis e estabilidade oxidativa do óleo foram realizadas no Laboratório de Óleos e Gorduras da Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP.

## 4.3.6 Monitoramento da qualidade do óleo de noz-pecã durante o armazenamento

O óleo foi mantido em local com temperatura e umidade relativas monitoradas (média de 22,5°C e 55,6% de umidade relativa do ar), em embalagens de vidro âmbar com capacidade para 100 mL pelo período de 150 dias. Foram avaliados quinzenalmente os seguintes parâmetros: umidade e compostos voláteis, índice de peróxidos, índice de acidez, extinção específica e cor Lovibond. A análise sensorial do óleo foi realizada mensalmente pelo período de 120 dias.

#### 4.3.7 Análise Estatística

As análises estatísticas foram realizadas utilizando o programa Statistica, Versão 6.0 em nível de significância de p < 0,05. Foi utilizada a análise de correlação linear simples para todas as variáveis analisadas para os tratamentos e entre os tratamentos ao longo do tempo. Para verificar a dependência entre as variáveis foi utilizada a correlação de Pearson. A análise de contrastes foi realizada para verificar diferenças entre os tratamentos.

Os dados resultantes da análise sensorial do óleo de noz-pecã foram submetidos à ANOVA, teste de médias de Tukey e análise de componentes principais. Foi utilizada a análise de correlação linear simples para determinar a correlação entre o perfil sensorial e a aceitação (MEILGAARD et al., 1999).

#### **5 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

# 5.1 Composição nutricional básica da noz e da torta de noz-pecã

Na Tabela 1 são apresentados os resultados referentes à composição da noz e da torta de noz-pecã.

Tabela 1. Composição nutricional (g/100g) da noz-pecã e da torta de noz-pecã

Componente (g/100g) <sup>1</sup>	Noz-pecã	Torta de noz-pecã
Proteína bruta <sup>2</sup>	$9.9 \pm 0.01^5$	$22,1 \pm 0,81$
Umidade	$3.7 \pm 0.31$	$7.9 \pm 0.04$
Lipídios Totais	$69,4 \pm 0,01$	$36,2 \pm 0,90$
Minerais	$1,4 \pm 0,02$	$3,2 \pm 0,09$
Fibra total	$7.8 \pm 0.45$	$14,3 \pm 0,09$
Fibra solúvel	$0.5 \pm 0.03$	$1,7 \pm 0,08$
Fibra insolúvel	$7,3 \pm 0,53$	$12,6 \pm 0,43$
Carboidratos <sup>3</sup>	7,8	16,3
Valor calórico <sup>4</sup> (kcal/g)	726,7	536,4

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Média entre três repetições; <sup>2</sup>N x 6,25; <sup>3</sup>Calculado por diferença: 100 – (% lipídios totais + % proteína bruta + % umidade + % conteúdo mineral + % fibras). <sup>4</sup>Calculado pela soma das porcentagens de proteína bruta e carboidratos multiplicados pelo fator 4 (kcal/g) somado ao teor de lipídios totais multiplicado pelo fator 9 (kcal/g). <sup>5</sup>Desvio padrão.

De acordo com os resultados obtidos, os lipídios representaram a fração principal da nozpecã (cerca de 70 %). De acordo com a literatura, o teor de lipídios da nozpecã pode variar entre 60 e 75%, dependendo da cultivar, da localização, do ano de produção, da composição do solo e época de colheita (VILLARREAL-LOZOYA et al., 2007; SHAHIDI E MIRALIAKBARI, 2005; FIRESTONE, 1999). O teor de proteínas determinado foi de aproximadamente 10 %. Singanusong et al. (2003), reportaram para nozes-pecã cultivadas na Austrália, teores protéicos entre 9,0 e 10,4 %. O valor determinado para minerais na noz-pecã (1,4 %) está de acordo com o valor determinado para noz-pecã pelo USDA (2007), de 1,5 %. O teor de umidade obtido de 3,7 % está de acordo com o valor de 3,5 a 4,0 % descrito na literatura como ideal para a conservação deste tipo de noz (SHAHIDI E MIRALIAKBARI, 2005; ERICKSON et al., 1994). Os resultados

obtidos para análise de fibras (7,8 %) estão acima dos publicados por Wakeling et al. (2001), para pecãs das variedades Wichita e Western Schley, produzidas em três safras diferentes, que variaram entre 2,9 e 4,2 %. O valor calórico calculado de 726,7 kcal/g está um pouco acima do reportado por Maskan e Karatas (1999) para noz-pecã (700 kcal/100g).

Para a torta de noz-pecã o teor de lipídios totais foi de 36,2 %, o que indica um rendimento de extração do óleo de aproximadamente 52,2 %, que pode ser considerado baixo, mas esperado para o tipo de prensagem utilizado. Tendo em vista os teores de lipídios totais reduzidos em relação à noz devido à prensagem, proteínas, minerais, fibras, umidade e carboidratos foram maiores, fazendo da torta um alimento com excelentes características nutricionais e com valor calórico cerca de 26 % menor em relação à noz.

## 5.2 Alterações na qualidade das nozes durante o armazenamento

Na Tabela 2 podem ser observados os resultados obtidos para o índice de peróxido e extinção específica a 232 e 270 nm relacionados com a qualidade das nozes-pecã armazenadas em potes plásticos e filmes plásticos a vácuo durante 150 dias de armazenamento.

Tabela 2. Evolução dos parâmetros índice de peróxido e extinção específica a 232 nm e 270 nm em nozes-pecã armazenadas em potes plásticos e filmes plásticos a vácuo.

Tempo	IP¹ (meq O2/kg de óleo)		$EE^2$ 2	EE <sup>2</sup> 232 nm		EE <sup>2</sup> 270 nm		
(dias)								
	Potes	Filmes	Potes	Filmes	Potes	Filmes		
0	$1,04 \pm 0,065^3$	$1,14 \pm 0,069$	$0,978 \pm 0,001$	$0,956 \pm 0,064$	$0,110 \pm 0,000$	$0,038 \pm 0,026$		
30	$1,18 \pm 0,001$	$1,94 \pm 0,073$	$1,083 \pm 0,019$	$1,195 \pm 0,084$	$0,100 \pm 0,000$	$0,127 \pm 0,000$		
45	$2,09 \pm 0,006$	$2,05 \pm 0,015$	$1,280 \pm 0,042$	$1,186 \pm 0,089$	$0,267 \pm 0,004$	$0,186 \pm 0,019$		
60	$2,10 \pm 0,183$	$2,34 \pm 0,021$	$1,587 \pm 0,089$	$1,370 \pm 0,000$	$0,343 \pm 0,002$	$0,173 \pm 0,023$		
75	$2,76 \pm 0,141$	$3,48 \pm 0,077$	$1,526 \pm 0,218$	$1,487 \pm 0,018$	$0,246 \pm 0,028$	$0,235 \pm 0,045$		
90	$3,48 \pm 0,077$	$3,54 \pm 0,007$	$1,738 \pm 0,284$	$1,912 \pm 0,067$	$0,141 \pm 0,013$	$0,307 \pm 0,031$		
105	$3,76 \pm 0,028$	$4,58 \pm 0,214$	$1,414 \pm 0,057$	$2,071 \pm 0,079$	$0,142 \pm 0,019$	$0,316 \pm 0,017$		
120	$4,30 \pm 0,073$	$5,86 \pm 0,066$	$3,200 \pm 0,054$	$3,201 \pm 0,029$	$0,321 \pm 0,000$	$0,270 \pm 0,072$		
135	$3,11 \pm 0,140$	$4,82 \pm 0,383$	$2,494 \pm 0,051$	$2,419 \pm 0,037$	$0,178 \pm 0,000$	$0,042 \pm 0,007$		
150	$2,66 \pm 0,070$	$4,67 \pm 0,067$	$1,992 \pm 0,014$	$2,160 \pm 0,057$	$0,330 \pm 0,015$	$0,153 \pm 0,050$		

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Índice de peróxido, os resultados representam a média entre duas repetições. <sup>2</sup>Extinção específica, os resultados representam a média entre três repetições. <sup>3</sup>Desvio padrão.

De acordo com os resultados obtidos, os valores de índice de peróxido (IP) determinados para as nozes variaram entre 1,04 e 2,66 meq  $O_2/kg$  e 1,14 e 4,67 meq  $O_2/kg$  no início e após 150 dias de armazenamento, para as nozes armazenadas em potes e em filmes plásticos, respectivamente. Na Figura 7, pode ser observada a variação do índice de peróxido ao longo do tempo.

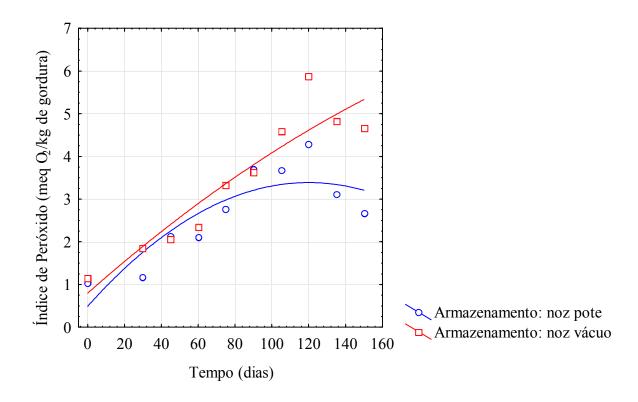


Figura 7. Correlação do índice de peróxido ao longo do tempo para as nozes armazenadas em potes plásticos e em filmes plásticos a vácuo.

A análise de regressão indica que a alteração do índice de peróxido variou significativamente ao longo do tempo de armazenamento para as nozes nos dois tipos de embalagens, sendo  $R^2 \ge 0.5958$  e  $p \le 0.0089$ .

Entre os tratamentos, foi possível observar que a alteração do índice de peróxido das nozes armazenadas a vácuo foi levemente superior que a alteração observada nas nozes armazenadas em potes. Porém, a análise estatística de contrastes não indicou diferenças significativas entre os mesmos ( $p \ge 0,05$ ).

Maskan e Karatas (1999), armazenaram pistaches em potes a temperatura ambiente, em atmosfera de ar (a 10, 20 e 30°C) e em atmosfera de  $CO_2$  (a 10, 20 e 30°C) e relataram que, durante o período de seis meses, o índice de peróxido das amêndoas armazenadas sob ar e atmosfera de  $CO_2$  não foram diferentes entre si (p >0,05), em nenhuma das temperaturas testadas, mas foram significativamente menores dos armazenados a temperatura ambiente.

García-Pascual et al. (2003), estudaram a influência das condições de estocagem sobre a qualidade de diferentes variedades de amêndoas embaladas em filmes plásticos, em atmosfera de ar ou atmosfera parcial de nitrogênio, a temperaturas de 8 ou 36°C pelo período de quatro meses. De acordo com os resultados obtidos, o índice de peróxido foi maior nas amêndoas armazenadas a 36°C, mas a atmosfera de armazenamento não exerceu efeito na modificação do índice de peróxido de nenhuma das variedades nas temperaturas testadas.

Com relação aos resultados obtidos para extinção específica a 232 nm, os valores para as nozes armazenadas em potes variaram entre 0,978 no tempo inicial e 1,992 ao final de 150 dias, atingindo valor máximo de 3,2 após 120 dias de armazenamento. Os valores de extinção específica a 232 nm para as nozes armazenadas em filmes a vácuo seguiram a mesma tendência, partindo do valor inicial de 0,956 até o valor final de 2,160 ao final de 150 dias, atingindo o valor máximo de 3,201 em 120 dias de armazenamento. Estes resultados indicam que após 120 dias de armazenamento, ocorreu a transformação dos compostos primários de oxidação em outros compostos não detectáveis a 232 nm.

A análise de correlação linear do coeficiente de extinção específica ao longo do tempo de armazenamento das nozes pode ser observada na Figura 8.

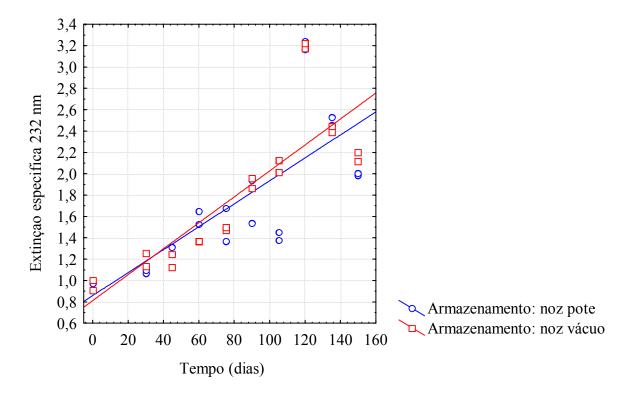


Figura 8. Correlação linear do coeficiente de extinção específica a 232 nm ao longo do tempo para as nozes armazenadas em potes plásticos e em filmes plásticos a vácuo.

De acordo com os resultados, o coeficiente de extinção específica medido a 232 nm aumentou linearmente e de maneira bastante semelhante ao longo do tempo de 150 dias para as nozes armazenadas em potes plásticos e em filmes plásticos a vácuo. Conforme a análise estatística, a variação linear foi bastante significativa para as nozes nos dois tipos de embalagens ( $p \le 0,0001$  e  $R^2 = 0,5672$  e  $R^2 = 0,7110$  para as nozes armazenadas em potes e em filmes a vácuo, respectivamente). De acordo com a análise estatística de contrastes, as diferenças dos resultados entre as embalagens ( $p \ge 0,05$ ) não foram significativas.

Os resultados obtidos para extinção específica a 270 nm, variaram entre 0,110 e 0,330 e entre 0,038 e 0,153 no início e no final do armazenamento para as nozes armazenadas em potes e em filmes a vácuo, respectivamente. Porém, o maior valor observado para extinção específica a 270 nm de nozes embaladas a vácuo em 105 dias de armazenamento foi 0,316. Dessa forma, a formação de compostos secundários de oxidação parece ter ocorrido antes nas nozes embaladas a vácuo do que nas nozes armazenadas em potes. Porém, de acordo com a análise estatística, o

coeficiente de extinção específica medido a 270 nm não variou significativamente para nenhum dos dois tipos de armazenamento ao longo do tempo ( $p \ge 0.05$ ). A análise de contrastes também não apresentou diferenças significativas (p > 0.05) entre os trienos conjugados para as nozes armazenadas nos dois tipos de embalagens testadas.

Na Figura 9 pode ser observada a ilustração da análise de correlação linear entre o índice de peróxido e o índice de extinção específica a 232 nm ao longo do tempo de armazenamento de nozes armazenadas em potes plásticos e filmes a vácuo.

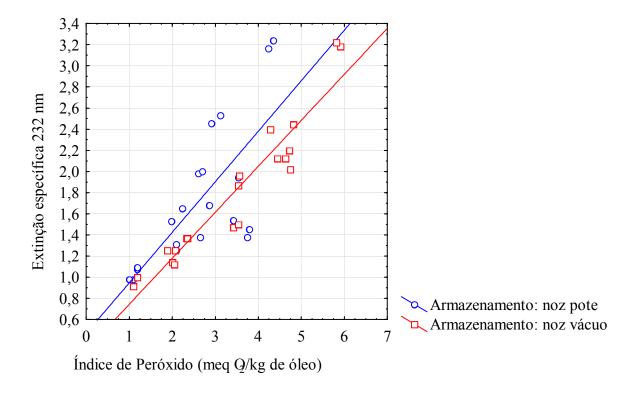


Figura 9. Correlação linear entre índice de peróxido e coeficiente de extinção específica a 232 nm ao longo do tempo para as nozes armazenadas em potes plásticos e em filmes plásticos a vácuo.

Pela análise do gráfico, é possível observar que os parâmetros índice de peróxido e extinção específica a 232 nm medidos para as nozes dos dois tipos de embalagens testadas, apresentaram correlação significativa e positiva ( $p \le 0,0001$  e R = 0,7405 e R = 0,9524 para as nozes armazenadas em potes e para as nozes armazenadas em filmes a vácuo, respectivamente).

De acordo com Chun et al. (2005), o índice de peróxido e de extinção específica a 232 nm em amendoins armazenados por 40 semanas em embalagens com barreira metalizada de poliéster

em atmosferas de ar e vácuo a temperatura de 21°C apresentou correlação positiva (R = 0,9809). Na Tabela 3 são mostrados os resultados obtidos para índice de acidez e umidade e compostos voláteis, nas nozes-pecã armazenadas durante 150 dias.

Tabela 3. Evolução dos parâmetros índice de acidez e umidade e compostos voláteis para nozes em potes plásticos e filmes a vácuo ao longo do tempo de armazenamento.

Tempo (dias)	Umidade <sup>1</sup> (%)		IA <sup>2</sup> (mg KO	KOH/g de óleo)	
	Potes	Filmes	Potes	Filmes	
0	$0,040 \pm 0,000^3$	$0,080 \pm 0,005$	$0,165 \pm 0,014$	$0,191 \pm 0,006$	
30	$0,065 \pm 0,007$	$0,065 \pm 0,070$	$0,224 \pm 0,007$	$0.312 \pm 0.007$	
45	$0,066 \pm 0,020$	$0,060 \pm 0,007$	$0,213 \pm 0,001$	$0,214 \pm 0,007$	
60	$0,041 \pm 0,007$	$0,047 \pm 0,001$	$0,243 \pm 0,001$	$0,229 \pm 0,001$	
75	$0,065 \pm 0,016$	$0,060 \pm 0,001$	$0,249 \pm 0,007$	$0.333 \pm 0.001$	
90	$0,073 \pm 0,007$	$0,073 \pm 0,005$	$0,344 \pm 0,004$	$0.318 \pm 0.003$	
105	$0,073 \pm 0,011$	$0,063 \pm 0,014$	$0,346 \pm 0,003$	$0,364 \pm 0,005$	
120	$0,066 \pm 0,014$	$0,061 \pm 0,007$	$0,354 \pm 0,002$	$0,438 \pm 0,014$	
135	$0,061 \pm 0,009$	$0,048 \pm 0,028$	$0,327 \pm 0,001$	$0,418 \pm 0,002$	
150	$0,065 \pm 0,007$	$0,060 \pm 0,007$	$0,369 \pm 0,000$	$0,568 \pm 0,018$	

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Umidade e compostos voláteis, os resultados representam a média entre três repetições. <sup>2</sup>Índice de acidez, os resultados representam a média entre duas repetições. <sup>3</sup>Desvio Padrão.

De acordo com os resultados obtidos, os valores de umidade das nozes embaladas em potes variaram entre 0,040 e 0,065% e para as nozes armazenadas a vácuo entre 0,080 e 0,060%, no início e no final do período de armazenamento, respectivamente. Para as nozes acondicionadas nos dois tipos de embalagens, o maior teor de umidade foi alcançado aos 90 dias de armazenamento sendo de 0,073%.

Conforme os resultados obtidos, foi observada uma variação linear não significativa ( $p \ge 0.05$ ) ao longo do tempo para as nozes nos dois tipos de embalagens utilizadas, com uma

tendência de aumento do teor de umidade nas nozes armazenadas em potes e, de diminuição do teor de umidade nas nozes armazenadas em filmes a vácuo. A análise de contrastes indicou diferença significativa entre o teor de umidade e compostos voláteis das nozes armazenadas nos dois tipos de embalagens testadas durante o período de armazenamento (p < 0.05).

Em relação ao índice de acidez das nozes, foi observada uma variação entre 0,165 e 0,369 mg KOH/g para as nozes armazenadas em potes plásticos e entre 0,191 e 0,568 mg KOH/g para as nozes armazenadas em filmes a vácuo, no início e no final de 150 dias de armazenamento, respectivamente. A Figura 10 representa a variação no índice de acidez de nozes armazenadas em potes plásticos e em filmes plásticos a vácuo ao longo do tempo de armazenamento.

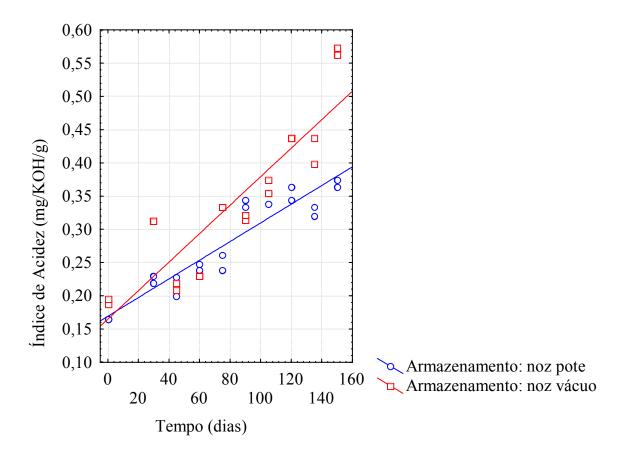


Figura 10. Correlação linear do índice de acidez ao longo do tempo de armazenamento de nozes embaladas em potes plásticos e em filmes plásticos a vácuo.

De acordo com a análise estatística de regressão, a variação do índice de acidez das nozes ao longo de 150 dias de armazenamento foi significativa ( $p \le 0,0001$ , e  $R^2 = 0,8712$  e 0,7921, para as nozes armazenadas em potes e em filmes a vácuo, respectivamente). Conforme a análise

de contrastes, não houveram diferenças significativas para o índice de acidez das nozes entre os dois tipos de embalagens ( $p \ge 0.05$ ).

Gamli e Hayoglu (2007) reportaram que o armazenamento de pasta de pistache em embalagens transparentes de polipropileno com e sem vácuo a temperaturas de 4 e 20°C, no escuro, pelo período de 210 dias, mostrou maior aumento de índice de acidez nas pastas armazenadas a 20°C, sendo que os valores observados situaram-se entre 0,33 e 1,16 mg KOH/g. Os autores não observaram diferenças entre as pastas armazenadas com e sem vácuo à mesma temperatura. Estes dados são semelhantes aos obtidos neste estudo em relação à inexistência de diferenças entre os tratamentos testados, os autores obtiveram valores de índice de acidez mais elevados em todo o período experimental, indicando maior taxa de hidrólise que a obtida no presente estudo.

## 5.3 Análise de correlação linear entre as variáveis físico-químicas

Na Tabela 4 pode ser observado o resultado da análise de correlação linear entre as análises físico-químicas realizadas durante o armazenamento de nozes-pecã durante 165 dias de armazenamento em potes plásticos e em filmes plásticos a vácuo.

Tabela 4. Matriz de correlação linear entre as determinações físico-químicas.

	Índice de Peróxido	Índice de acidez	Extinção específica a 232 nm	Extinção específica a 270 nm	Umidade e compostos voláteis
Ìndice de Peróxido	1,00				
Índice de acidez	0,84*	1,00			
Extinção específica a 232 nm	0,83*	0,69*	1,00		
Extinção específica a 270 nm	0,44*	0,14	0,40*	1,00	
Umidade e compostos voláteis	0,09	0,09	0,0	0,02	1,00

De acordo com os resultados obtidos, o índice de acidez correlacionou-se significativamente (p < 0,05) com o índice de peróxido (R = 0,84) e com o coeficiente de extinção específica a 232 nm (R = 0,69).

O índice de peróxido apresentou correlação significativa (p < 0.05) com o coeficiente de extinção específica a 232 (R = 0.83) e a 270 nm (R = 0.44). Este resultado era esperado, visto que segundo Shahidi e Zhong (2005), o índice de peróxido e o coeficiente de extinção específica são variáveis que geralmente estão significativamente correlacionadas.

Alves *et al.*, (2005) observaram correlação altamente significativa (p < 0,0001) entre o índice de peróxido e o índice de acidez (R = 0,78) e entre o índice de peróxido e extinção específica a 232 e 270 nm (R = 0,79 e 0,82) para o armazenamento de óleo de soja. As correlações obtidas pelos autores entre índice de peróxido e índice de acidez e entre índice de peróxido e extinção específica a 232 nm são menores que as calculadas no presente estudo (R = 0,84 e 0,83, respectivamente). Porém, a correlação entre o índice de peróxido e extinção específica a 270 nm obtida pelos autores é maior que a obtida neste estudo (R = 0,44).

O coeficiente de extinção específica a 270 nm correlacionou-se significativamente com o coeficiente de extinção específica a 232 nm (R = 0.40).

A análise de umidade e compostos voláteis não apresentou correlação significativa com nenhuma das demais variáveis.

#### 5.4 Análise instrumental da cor

As alterações de cor das nozes armazenadas em potes plásticos e em filmes plásticos a vácuo ao longo do tempo de armazenamente estão apresentadas na Tabela 5.

Tabela 5. Avaliação instrumental das alterações de cor das nozes armazenadas em potes e em filmes plásticos a vácuo.

(dias)       Potes     Filmes     Potes     Filmes     Potes     Filmes       0 $38,01\pm2,6$ $36,05\pm4,2$ $11,67\pm1,5$ $9,22\pm0,8$ $17,53\pm1,1$ $15,94\pm1,7$ 30 $34,43\pm3,1$ $31,32\pm2,0$ $13,07\pm0,9$ $11,89\pm1,4$ $15,17\pm1,1$ $14,06\pm1,1$	Potes	Filmes
0 $38,01 \pm 2,6$ $36,05 \pm 4,2$ $11,67 \pm 1,5$ $9,22 \pm 0,8$ $17,53 \pm 1,1$ $15,94 \pm 1,7$	Potes	Filmes
30 $34,43 \pm 3,1$ $31,32 \pm 2,0$ $13,07 \pm 0,9$ $11,89 \pm 1,4$ $15,17 \pm 1,1$ $14,06 \pm 1,1$	81,40	75,00
	83,14	84,76
60 $34,12 \pm 2,7$ $32,28 \pm 1,1$ $13,47 \pm 1,2$ $13,45 \pm 1,1$ $15,75 \pm 1,3$ $14,53 \pm 0,8$	87,21	87,50
90 $29,07 \pm 2,0$ $31,68 \pm 2,1$ $12,79 \pm 0,8$ $13,34 \pm 2,0$ $13,08 \pm 1,3$ $14,04 \pm 1,5$	87,20	86,57
120 $31,14 \pm 2,3$ $27,38 \pm 2,7$ $15,01 \pm 1,3$ $14,23 \pm 1,7$ $13,77 \pm 1,2$ $11,49 \pm 1,8$	90,11	88,99
150 $25,18 \pm 1,5$ $25,55 \pm 2,4$ $12,90 \pm 1,3$ $14,02 \pm 1,8$ $9,75 \pm 1,4$ $10,31 \pm 1,2$	97,09	87,20

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Os resultados representam as médias entre seis repetições. <sup>2</sup>Índice de Escurecimento. <sup>3</sup>Desvio padrão.

A análise de contrastes não revelou diferenças significativas entre os resultados obtidos para os parâmetros de cor L, a e b entre os dois tipos de embalagens avaliados ( $p \ge 0.05$ ),. Entretanto, alguns parâmetros sofreram alterações ao longo do tempo. O parâmetro L, que corresponde à luminosidade mostrou valores significativamente decrescentes ao longo do tempo de armazenamento das nozes armazenadas em potes de polipropileno e em filmes de nylonpolietileno ( $p \le 0.0068$  e  $R^2 \ge 0.868$ ), com conseqüente escurecimento gradual e contínuo da superfície das sementes durante todo o período de análise.

O parâmetro **a**, que representa a cor vermelha não apresentou diferenças significativas (p  $\geq 0.05$ ). O parâmetro **b**, que representa a cor amarela, apresentou diminuição significativa ao longo do tempo de armazenamento para os dois tratamentos (p  $\leq 0.016$  e R<sup>2</sup>  $\geq 0.8009$ ). O índice de escurecimento aumentou significativamente ao longo do tempo para as nozes armazenadas nos dois tipos de embalagens (sendo p  $\leq 0.0348$  e R<sup>2</sup>  $\geq 0.7116$ ). Forbus et al. (1980), relataram a diminuição linear dos parâmetros L e b ao longo do tempo de armazenamento de noz-pecã. Erickson et al. (1994) reportaram alterações na luminosidade e nas tonalidades amarela e vermelha de noz-pecã americanas armazenadas 157 dias, que resultaram no escurecimento da superfície das nozes estudadas.

## 5.5 Avaliação da alteração na qualidade da noz-pecã através da análise sensorial

Os resultados obtidos na análise sensorial de aceitação das nozes armazenadas em potes plásticos e em filmes plásticos a vácuo estão representados na Tabela 6.

Tabela 6. Médias de aceitação das nozes armazenadas em potes plásticos e em filmes a vácuo ao longo do tempo de armazenamento<sup>1</sup>.

Тетро	A	$G^2$	C	or	Apai	rência	0	dor	Sa	ıbor	Tex	xtura
(dias)	pote	vácuo	pote	vácuo	pote	vácuo	pote	vácuo	pote	vácuo	pote	vácuo
0	8,0	8,1	8,0	8,1	7,9	8,1	7,8	8,1	7,7	8,3	7,8	8,0
30	7,7	7,5	8,1	7,6	7,9	7,7	7,9	7,9	7,9	7,8	8,0	7,9
60	7,1	7,9	7,2	7,8	7,4	7,8	7,5	7,6	7,0	7,7	7,5	7,9
90	7,2	6,9	6,7	6,5	7,1	6,7	6,9	6,9	6,8	6,6	7,0	6,4
120	5,9	6,3	6,4	6,5	6,0	6,0	6,0	6,2	5,6	6,5	6,4	6,6
150	5,0	5,7	4,9	5,6	5,0	5,7	5,4	5,9	4,6	5,3	4,3	5,1

 $<sup>^{1}</sup>$ Os resultados são representados pelas médias entre as notas atribuídas pelos provadores, onde n = 30.  $^{2}$ Aceitabilidade global.

Através da análise de regressão, foi possível perceber uma redução linear altamente significativa (p < 0,0001) nas notas atribuídas a todas as características sensoriais ao longo do tempo de armazenamento.

De acordo com a análise estatística de contrastes, as notas sensoriais de aceitabilidade ao longo do tempo não apresentaram diferenças significativas para os dois tipos de embalagens ( $p \ge 0.05$  e  $R^2 \ge 0.7969$  para todas as avaliações). Valores de  $R^2$  acima de 0.60 para análises sensoriais e instrumentais em função do tempo são considerados muito bons (DE MARCHI et al., 2003). Estes resultados indicam que a aplicação de vácuo não contribuiu para prolongar a vida de prateleira das nozes.

Considerando que 6,0 foi a nota utilizada como limite para a qualidade sensorial das nozes, pode-se observar que os resultados obtidos indicaram baixa qualidade sensorial das nozes a partir de quatro meses de armazenamento (120 dias), pois na análise sensorial realizada aos 150

dias, todos os atributos obtiveram nota inferior a 6,0.

A análise sensorial apresentou correlação linear negativa elevada para os resultados obtidos para o índice de escurecimento das nozes armazenadas nos potes de polipropileno (R = -0.99). Para as nozes armazenadas em filmes de nylon-polietileno, a correlação foi baixa (R = -0.6).

De acordo com Kolakowska (2003), a rancidez em alimentos pode tornar-se evidente através da formação de odores desagradáveis e de alterações como descoloração, amarelamento ou escurecimento do alimento, que são detectados através da análise sensorial.

## 5.6 Análises microbiológicas

Os resultados obtidos nas análises microbiológicas de Coliformes a 45°C e *Salmonella* sp foi < 3 NMP/g e ausência de *Salmonella* sp em 25g, para todas as amostras analisadas. Estes resultados estão de acordo com os padrões microbiológicos estabelecidos pela legislação brasileira, que determina para estas contagens padrões, ausência de *Salmonella* sp e máximo de 10<sup>2</sup> NMP/g para Coliformes a 45°C (BRASIL, 2001). Na Tabela 7 podem ser observados os resultados para a análise de contagem total de bolores e leveduras para as nozes ao longo do tempo de armazenamento.

Tabela 7. Contagens de bolores e leveduras para nozes armazenadas em potes plásticos e em filmes a vácuo ao longo do tempo de armazenamento

Tempo (dias)	Contagem de bolores e leveduras (UFC/g)		
	Potes plásticos	Filmes a vácuo	
0	$1.0 \times 10^2$	$1.2 \times 10^2$	
30	$1.0 \times 10^2$	$3.0 \times 10^2$	
60	$1.0 \times 10^2$	$1.0 \times 10^2$	
90	$1.0 \times 10^2$	$1.0 \times 10^2$	
120	$1.5 \times 10^2$	$1.0 \times 10^2$	
150	$1.5 \times 10^2$	$1.0 \times 10^2$	
130	1,3 X 10	1,0 X 10	

Nos primeiros três meses de armazenamento, a contagem total de bolores e leveduras para as amostras embaladas nos potes plásticos mantiveram-se constantes  $(1,0 \times 10^2 \text{ UFC/g})$ , sofrendo leve aumento no quarto mês e não apresentando alterções posteriores até o quinto mês de armazenamento  $(1,5 \times 10^2 \text{ UFC/g})$ .

Para as nozes armazenadas nos fimes plásticos sob vácuo, a contagem total de bolores e leveduras inicial foi de 1,2 x 10<sup>2</sup> UFC/g e aumentou até 3,0 x 10<sup>2</sup> UFC/g com um mês de armazenamento. A partir de sessenta dias de armazenamento, as contagens diminuíram para 1,0 x 10<sup>2</sup> UFC/g e mantiveram-se constantes até o final de 150 dias de armazenamento. De acordo com a legislação brasileira, a análise de Bolores e Leveduras não é obrigatória, mas neste tipo de produto, contagens abaixo de 10<sup>6</sup> UFC/g indicam qualidade microbiológica adequada (BRASIL, 2001).

#### 5.7 Características físico-químicas e estabilidade oxidativa do óleo de noz-pecã

As carcterísticas físico-químicas do óleo bruto de noz-pecã, obtido por prensagem pode ser observado na Tabela 8.

Tabela 8. Características físico-químicas do óleo de noz-pecã obtido por prensagem.

Parâmetro	valor
Índice de Peróxido (meq O2/kg de óleo)	$0,55 \pm 0,07$
Índice de Acidez (mg KOH/g de óleo)	$0.13 \pm 0.01$
Umidade e Compostos Voláteis (%)	$0,05\pm0,00$
Índice de Iodo (Wijs)	$98,4 \pm 0,86$
Índice de Refração (40°C)	1,469
Índice de Saponificação (g/100g)	$184,3 \pm 1,81$
Matéria Insaponificável (g/100g)	$2,0\pm0,04$
Cor Lovibond (cubeta 5 1/4")	20,0 A/3,0 V <sup>1</sup>
Estabilidade Oxidativa (h)	9,8
Composição em ácidos graxos	(%)
C 16:0 Palmítico	5,6
C 18:0 Esteárico	2,8
C 18:1 Oléico	62,5
C 18:2 Linoléico	27,5
C 18:3 Linolênico	1,2
C 20:1 Gadoléico	0,2
Teor de tocoferóis	mg/kg
α-tocoferol	-
β-tocoferol	-
γ-tocoferol	30,0
δ-tocoferol	-

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>A = unidades amarelas, V = unidades vermelhas

Conforme os resultados apresentados na tabela 9, o índice de peróxido  $(0,548 \text{ meq } O_2/\text{kg}$  de óleo) e o índice de acidez (0,133 mg KOH/g) estão de acordo com os valores determinados pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária para óleos prensados a frio e não refinados, que estabelece valores máximos de 15 meq  $O_2/\text{kg}$  de óleo e 4,0 mg KOH/g para os índices de peróxido e de acidez, respectivamente (BRASIL, 2005).

O índice de Iodo obtido para o óleo de noz-pecã (98,42), foi ligeiramente inferior ao determinado por Firestone (1999) para óleo de noz-pecã, que reportou valores entre 100 e 106.

O valor obtido neste estudo para o índice de refração a temperatura de 40°C foi 1,469, que reflete o alto teor de ácido oléico presente no óleo de noz-pecã. Este valor está de acordo com os dados encontrados por Firestone (1999), que determinou o mesmo valor para este índice a temperaturas de 20 e 40°C. O mesmo autor determinou o índice de saponificação para o óleo de noz-pecã, encontrando valores de 190 a 198 g/100g, ou seja, levemente superiores aos encontrados no presente trabalho, que foi de 184,29 g/100g. O valor para matéria insaponificável medida por Firestone (1999), foi ligeiramente inferior ao determinado no presente trabalho, sendo que o autor encontrou valores na faixa compreendida entre 0,4 e 1,5 g/100g, enquanto foram determinados 2,0 g/100g no presente estudo. Estes valores mostraram-se acima dos encontrados para noz-pecã da Áustria e da Grécia (0,3 e 0,45 g/100g de óleo (KORNSTEINER et al., 2006).

A estabilidade oxidativa do óleo de noz-pecã medida através do método acelerado OSI a 110 °C foi de 9,8 h, indicando estabilidade oxidativa elevada. A estabilidade oxidativa do óleo obtido de 22 variedades mexicanas de noz-pecã extraído com solventes, resultou em índice de estabilidade oxidativa de 8,5 a 10,8 h, a 110 °C (TORO-VASQUEZ e PEREZ BRICENO, 1998 apud SHAHIDI e MIRALIAKBARI, 2005).

De acordo com os resultados obtidos, o óleo estudado apresentou 62,5 % de ácido oléico e 27,5 % de ácido linoléico, sendo classificado como um óleo monoinsaturado. Os ácidos graxos insaturados representaram pouco mais de 90 % da composição total em ácidos graxos, enquanto que os saturados somaram um percentual de 8,5 % na composição de ácidos graxos do óleo. Os resultados do presente estudo estão de acordo com os publicados por Firestone (1999), que reportou uma média de 90% de ácidos graxos insaturados. Wakeling et al. (2001), caracterizaram o óleo de noz-pecã das variedades Wichita e Western Schley cultivadas na Austrália e obtiveram valores médios de 55,33 % de ácido oléico e 32,88 % de ácido linoléico. O teor de ácido oléico do presente estudo é maior que o citado pelos autores, em contrapartida apresenta teor levemente inferior de ácido linoléico. Os valores reportados pelos autores para os demais ácidos graxos (ácido palmítico, ácido esteárico e ácido linolênico) são similares aos obtidos neste estudo. Villarreal-Lozoya et al. (2007) reportaram para sete cultivares de noz-pecã produzidas nos Estados Unidos valores de ácido oléico entre 53 e 75 % e de ácido linoléico ente 15 e 36 %.

Conforme a análise do teor de tocoferóis para o óleo bruto de noz-pecã, foram encontrados 30,0 mg/100g de  $\gamma$ -tocoferol, entretanto não foram observados os homólogos  $\alpha$ -, $\beta$ - e  $\delta$ -tocoferóis. Kornsteiner et al. (2006), reportam valores de tocoferóis para noz-pecã proveniente de mercados da Áustria e da Grécia, de 14,8 mg/100g para  $\beta$ - e  $\gamma$ -tocoferóis e 0,2 mg/100g para  $\delta$ -tocoferol.

Chun et al. (2002), reportaram para quatro variedades de noz-pecã (Seedling, Desirable, Stuart e Schley), valores de 22,0, 20,1, 23,9 e 29,3 mg/100g de γ-tocoferol, respectivamente. As variedades Seedling, Desirable, Stuart apresentaram valores menores e, a variedade Schley, apresentou teores bastante similares aos reportados no presente estudo.

Shahidi e Miraliakbari (2005), reportam o  $\gamma$ -tocoferol como o homólogo predominante em noz-pecã e citam teores de  $\gamma$ -tocoferol de 17,6 mg/100g, ou seja, valores inferiores aos obtidos neste estudo. Para os mesmos autores, o óleo de noz-pecã pode possuir teor de  $\alpha$ -tocoferol que atinja o valor máximo de 1,0 mg/100g e de  $\delta$ - e  $\beta$ - tocoferóis de 0,62 mg/100g.

Conforme os valores de referência publicados pelo Departamento de Agricultura dos Estados Unidos (USDA, 2006), o óleo de noz-pecã apresenta, em média, 2,53 mg/100g de  $\alpha$ -tocoferol, 0,35 mg/100g de  $\beta$ -tocoferol, 24,2 g/100g de  $\gamma$ -tocoferol e 1,07 g/100g de  $\delta$ -tocoferol. O teor de  $\gamma$ -tocoferol obtido no presente estudo foi superior aos valores referência.

# 5.8 Estudo das alterações na qualidade do óleo de noz-pecã

O resultados das análises de índice de peróxido, índice de extinção específica a 232 nm e a 270 nm estão apresentados na Tabela 9.

Tabela 9. Evolução dos parâmetros índice de peróxido, extinção específica a 232 nm e extinção específica a 270 nm ao longo do tempo de armazenamento para o óleo bruto de noz-pecã.

Tempo	IP¹ (meq O₂/kg de óleo)	EE <sup>2</sup> 232 nm	EE <sup>2</sup> 270 nm
(dias)			
0	$0,548 \pm 0,070$	$0,833 \pm 0,004$	$0,033 \pm 0,023$
30	$1,530 \pm 0,025$	$1,181 \pm 0,016$	$0,029 \pm 0,026$
45	$4,180 \pm 0,012$	$1,260 \pm 0,141$	$0,231 \pm 0,004$
60	$5,620 \pm 0,000$	$1,426 \pm 0,000$	$0,291 \pm 0,000$
75	$7,230 \pm 0,070$	$1,439 \pm 0,015$	$0,343 \pm 0,023$
90	$4,789 \pm 0,067$	$1,089 \pm 0,015$	$0,130 \pm 0,000$
105	$2,415 \pm 0,205$	$1,272 \pm 0,031$	$0,118 \pm 0,015$
120	$2,160 \pm 0,068$	$2,926 \pm 0,038$	$0,356 \pm 0,061$
135	$2,160 \pm 0,004$	$2,112 \pm 0,012$	$0,051 \pm 0,002$
150	$2,435 \pm 0,169$	$1,926 \pm 0,070$	$0,053 \pm 0,032$

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Índice de peróxido, os resultados representam a média entre duas repetições. <sup>2</sup> Extinção específica, os resultados representam a média entre três repetições.

Analisando os resultados obtidos, pode-se observar que o índice de peróxido do óleo de noz-pecã variou do valor mínimo de 0,548 meq  $O_2$ /kg de óleo no tempo inicial de análise até 2,435 meq  $O_2$ /kg de óleo, ao longo do período de armazenamento. Além disso, os valores para índice de peróxido estão dentro dos padrões estabelecidos pela Legislação Brasileira, que é de 15 meq  $O_2$ /kg de gordura para óleos não refinados (BRASIL, 2005). A análise de regressão indicou que a variação linear para o índice de peróxido não foi significativa ( $p \ge 0,05$ ).

Amaral et al. (2003) armazenaram o óleo obtido de seis cultivares de noz da Pérsia inertizado com nitrogênio em recipientes de alumínio durante o período de um ano. O índice de peróxido do óleo foi analisado seqüencialmente ao processo de extração e após um ano da

realização da mesma, apresentando valores máximos de índice de peróxido de 18,0 meq O<sub>2</sub>/kg de gordura logo em seguida à extração e 19,0 meq O<sub>2</sub>/kg de gordura após um ano de armazenamento. Estes valores foram bastante superiores aos obtidos para o óleo de noz-pecã do presente estudo.

O índice de extinção específica a 232 nm do óleo bruto de noz-pecã variou entre 0,833 e 1,926, após 150 dias de armazenamento. Pode-se notar que o coeficiente de extinção específica aumentou linearmente e de forma significativa (p < 0,0001) ao longo do tempo de armazenamento, sendo  $R^2 = 0,5070$ .

O índice de extinção específica a 270 nm aumentou de 0,033 no tempo inicial para 0,356 após 120 dias de armazenamento. Após 120 dias de armazenamento, foi observada uma diminuição neste índice até valores similares aos iniciais (0,053), sendo que este comportamento não era esperado. Conforme a análise estatística de regressão, não houve variações significativas do coeficiente de extinção específica ao longo do tempo (p > 0,05).

Gutierrez et al. (1999) armazenaram óleo bruto de castanha-do-Brasil em frascos âmbar de 200 mL de capacidade e obtiveram valores de índice de extinção específica a 232 nm que variaram entre 0,997 no tempo inicial, 1,111 após 56 dias e 1,105 ao final de 184 dias de armazenamento. Em relação ao índice de extinção específica a 270 nm, o óleo de castanha-do-Brasil mostrou oscilação nos valores observados ao longo do período de armazenamento, sendo o valor máximo de 0,259, obtido no tempo inicial, 0,077 obtido após sete dias de armazenamento e 0,209 ao final de 184 dias de armazenamento. Os resultados obtidos pelos autores foram similares aos obtidos neste estudo para extinção específica a 232 nm no mesmo período de armazenamento, porém, o índice de extinção específica a 270 nm inicial do presente estudo foi inferior ao observado pelos autores.

Os resultados das determinações de dienos conjugados não informam o grau de deterioração do óleo, pois o efeito da oxidação sobre diferentes ácidos graxos insaturados varia em quantidade e qualidade. Entretanto, as variações na concentração de dienos conjugados com o tempo podem auxiliar no acompanhamento da oxidação de uma mesma amostra (GUTIERREZ et al, 1999).

O resultados das análises de índice de acidez, umidade e compostos voláteis e cor Lovibond estão apresentados na Tabela 10.

Tabela 10. Evolução dos parâmetros índice de acidez e umidade e compostos voláteis ao longo do tempo de armazenamento para o óleo bruto de noz-pecã.

Tempo (dias)	IA <sup>1</sup> (mg KOH/g de	Umidade² (%)	Cor Lovibond <sup>3</sup>
	óleo)		
0	$0,134 \pm 0,015$	$0,050 \pm 0,000$	20,0A/3,0V
30	$0,127 \pm 0,002$	$0,050 \pm 0,014$	-
45	$0,129 \pm 0,005$	$0,051 \pm 0,004$	26,6A/2,6V
60	$0.125 \pm 0.000$	$0.053 \pm 0.002$	30,0A/2,0V
75	$0,139 \pm 0,000$	$0,051 \pm 0,009$	30,0A/2,0V
90	$0,140 \pm 0,007$	$0,045 \pm 0,001$	30,0A/3,1V
105	$0.151 \pm 0.002$	$0,058 \pm 0,002$	36,7A/2,8V
120	$0.167 \pm 0.000$	$0,060 \pm 0,005$	30,0A/3,3V
135	$0,172 \pm 0,007$	$0,062 \pm 0,002$	26,6A/2,6V
150	$0.171 \pm 0.008$	$0,063 \pm 0,000$	23,3A/3,5V

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Índice de Acidez, os resultados representam a média entre duas repetições. <sup>2</sup>Umidade e compostos voláteis, os resultados representam a média entre três repetições. <sup>3</sup>A = unidades amarelas, V = unidades vermelhas

Segundo os resultados mostrados na Tabela 11, pode-se observar que o índice de acidez do óleo de noz pecã variou entre 0,134 mg KOH/g e 0,171 mg KOH/g de óleo durante o armazenamento. Conforme os resultados da análise estatística de regressão, o índice de acidez do óleo de noz-pecã aumentou significativamente e de forma linear em função do tempo (p  $\leq$  0,0001,  $R^2 = 0,7211$ ). O valor obtido para o índice de acidez do óleo de noz-pecã está de acordo com a legislação brasileira, que estabelece um valor máximo de 4,0 mg KOH/g de óleo para óleos vegetais brutos (BRASIL, 2005).

Gutierrez et al. (1999) reportaram que o índice de acidez do óleo bruto de castanha-do-Brasil armazenado em frascos âmbar de 200 mL de capacidade variou do valor inicial de 2,90 até o valor máximo de 3,05 após 184 dias de armazenamento. Segundo os autores, não houveram diferenças significativas entre o valor inicial e o final, entretanto, esses índices são muito maiores que o valor máximo obtido no presente estudo para o óleo de noz-pecã (0,171 mg de KOH/g de óleo).

O teor de umidade e compostos voláteis do óleo de noz-pecã manteve-se baixo por todo o período de armazenamento. Conforme a análise estatística de regressão, a umidade do óleo variou de forma linear e significativa durante todo o período (p < 0.05 e  $R^2 = 0.6067$ ).

De acordo com os resultados obtidos, foi possível observar um aumento da cor amarela até 120 dias de armazenamento do óleo. Após esse período houve diminuição da cor amarela e aumento da cor vermelha. Porém, estas alterações não foram significativas estatisticamente ( $p \le 0,05$ ).

#### 5.9 Avaliação da qualidade do óleo de noz-pecã através da análise sensorial

#### 5.9.1 Análise sensorial descritiva quantitativa

Os termos descritores, as descrições e as referências utilizadas para o treinamento sensorial descritivo dos provadores especificamente para óleo de noz-pecã não existem em literatura e, por isso, todo processo de levantamento de termos, definições, referências e demais etapas foram desenvolvidas no Laboratório de Análise Sensorial da FEA/UNICAMP.

Inicialmente vinte candidatos foram pré-selecionados por teste discriminativo (teste triangular) aplicado em análise seqüencial (MEILGAARD et al., 1999). Para esta etapa, foram utilizadas duas amostras de óleo de noz-pecã com diferença sensorial estatisticamente comprovada ao nível de 1% de significância. Os candidatos que acertaram todos os testes, foram pré-selecionados.

Os vinte candidatos pré-selecionados através de suas habilidades na discriminação entre diferenças de amostras de noz-pecã realizaram o levantamento de termos descritivos através do método Kelly's Repertory Grid (MOSKOWITZ, 1983), no qual os provadores receberam as

amostras de noz-pecã aos pares, em todas as combinações, e deveriam escrever na ficha apropriada as similaridades e as diferenças entre as amostras apresentadas. Após o levantamento dos termos, a equipe foi reunida cerca de 8 vezes e, através de um debate aberto, foram escolhidos os termos mais apropriados para a descrição dos atributos das amostras. Com os atributos escolhidos foram elaboradas fichas de avaliação com escalas não estruturadas de 9 cm ancoradas nos pontos extremos, à esquerda pelo termo "fraco" ou "nenhum" e à direita pelo termo "forte" para cada atributo (STONE e SIDEL, 2004). Foram realizadas várias sessões de treinamento para que as notas dos provadores estivessem na mesma região da escala através da apresentação de amostras referências dos extremos das escalas. As referências foram determinadas em função dos termos descritivos escolhidos e sugestões em consenso da equipe. A definição dos termos descritores e as referências utilizadas para o treinamento dos provadores encontram-se na Tabela 11.

Tabela 11. Termos descritores, definições e referências utilizadas para o treinamento sensorial descritivo.

Termo do descritor	Definição	Referências para os extremos das escalas de intensidade		
Homogeneidade	•	Pouca: Óleo de canola marca Liza com 10 dias de data de fabricação, adicionado de 5% de cloreto de sódio		
aparente	Homogeneidade do óleo detectada visualmente	Muita: Óleo de canola marca Liza com 10 dias de data de fabricação		
Aroma de noz-pecã	Aroma característico de noz pecã fragmentada, em tempo inicial de vida de prateleira, muito	<u>Fraco</u> : 5g de Noz pecã fragmentada em 100 mL de água destilada		
Arona de noz peca	semelhante ao da noz tradicional.	<u>Muita</u> : 20 g de noz pecã em pedaços, em tempo inicial de vida de prateleira.		
Aroma de óleo vegetal	Aroma característico dos óleos vegetais comerciais	Pouco: Óleo de soja marca Liza com 10 dias de data de fabricação, adicionado de 60 % de óleo mineral comercial		
Afonia de oleo vegetar		Muita: Óleo de soja marca Liza com 10 dias de data de fabricação		
Sabor de noz-pecã	Sabor característico de noz pecã fragmentada, em tempo inicial de vida de prateleira, muito semelhante ao da noz tradicional.	<u>Fraco</u> : mistura de 5g de Noz pecã em tempo inicial de vida de prateleira, triturada com 30 g de miolo de pão francês		
		Muita: 20 g de noz pecã em pedaços, em tempo inicial de vida de prateleira.		
Sabor oxidado	Sabor associado à oxidação de óleos, ranço.	Nenhum: Água destilada		
Succi chiana	oreos, rungo.	<u>Muito</u> : Óleo de soja marca Liza em frasco PET incolor, colocado por 10 horas à luz solar		
Amargar	Gosto característico de cafeína em	Nenhum: Óleo de soja marca Liza com 10 dias de data de fabricação		
Amargor	solução	Muito: Óleo de soja marca Liza com 10 dias de data de fabricação adicionado de 0,025% de cafeína p.a. Merck.		

Os testes foram realizados com os candidatos para a seleção da equipe definitiva para a análise descritiva quantitativa, já utilizando a ficha elaborada com as escalas de intensidade para os termos definidos. Após o treinamento, os provadores realizaram a análise de intensidade dos termos descritores em quatro repetições de forma monádica e foram selecionados com base nas seguintes características: poder de discriminação entre as amostras, repetição e concordância entre os provadores. Para isto, os dados foram submetidos à análise de variância com duas fontes de variação (amostra e repetição) para cada atributo, pra cada provador. Foram selecionados os provadores com os valores de  $p_{amostra}$  significativo para  $p \le 0,30$  e  $p_{repetição}$  não significativo para p > 0,05 e concordância das médias com as da equipe através dos valores de médias de cada provador na mesma ordem e próximos à média da equipe para cada atributo avaliado (POWERS et al., 1985; DAMÁSIO e COSTELL, 1991; STONE e SIDEL, 2004).

Na Tabela 12 encontram-se as médias dos termos descritores de óleo de noz-pecã em função do tempo de vida de prateleira.

Tabela 12. Médias dos termos descritores de óleo de noz-pecã em função do tempo de vida de prateleira.

Amostras	Homoge-	Aroma de	Sabor de	Aroma de	Sabor	Sabor
	neidade	Noz	Noz	Óleo	Oxidado	Amargo
	Aparente			Vegetal		
0 dias	8,8 a <sup>1</sup>	8,0 a	8,2 a	6,5 a	0,5 c	0,5 b
30 dias	8,7 a	7,8 a	8,3 a	6,4 a	0,4 c	0,5 b
60 dias	8,5 a	7,9 a	8,1 a	6,4 a	0,5 c	0,7 b
90 dias	8,7 a	7,8 a	8,0 a	6,5 a	1,5 b	0,8 b
120 dias	8,7 a	6,9 b	8,2 a	6,3 a	2,7 a	2,5 a

 $<sup>^{1}</sup>$ Médias marcadas com letras iguais em uma mesma coluna não diferem entre si significativamente pelo teste de Tukey (p  $\leq$  0,05).

De acordo com a análise de variância realizada, foi possível detectar que somente aroma de noz-pecã, sabor oxidado e amargor sofreram alterações em função do tempo.

O teste de Tukey, indicou que houve diminuição significativa do aroma de noz após 120 dias; aumento significativo de aroma oxidado após 90 dias e, aumento significativo de amargor após 120 dias de armazenamento ( $p \le 0.05$ ).

A análise multivariada de componentes principais está representada na Figura 11.

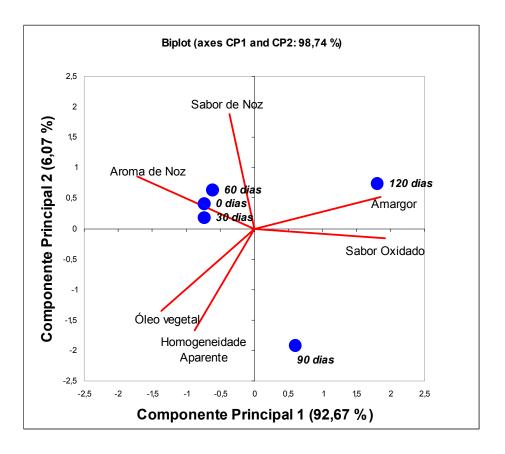


Figura 11. Análise sensorial de intensidade de atributos de óleo de noz-pecã em função do tempo.

De acordo com a Figura 11, é possível destacar que as amostras formaram três grupos distintos. Um primeiro, formado pelas amostras com 0, 30 e 60 dias de armazenamento que se apresentaram sensorialmente muito parecidas, pois se encontram localizadas muito próximas, e caracterizam-se principalmente por aroma e sabor de noz. O segundo grupo é formado pela amostra com 90 dias, em um ponto intermediário e sem nenhuma característica sensorial de destaque. O terceiro grupo é formado pela amostra com 120 dias, que é caracterizada principalmente pelo sabor oxidado e amargor.

Os resultados obtidos indicaram que o óleo manteve-se inalterado até 60 dias de armazenamento.

# 5.9.2 Análise de aceitação com consumidores

Na Tabela 13, encontram-se as médias de aceitação do óleo de noz-pecã para aroma, sabor e aceitação global em função do tempo de vida de prateleira.

Tabela 13. Médias de aceitação do óleo de noz-pecã em função do tempo de vida de prateleira.

Amostras	Aceitação Aroma	Aceitação Sabor	Aceitação Global
0 dias	7,8 a <sup>1</sup>	8,0 a	8,0 a
30 dias	7,6 a	7,9 a	8,1 a
60 dias	7,8 a	7,9 a	7,9 a
90 dias	7,0 b	6,5 b	6,0 b
120 dias	6,5 c	5,2 с	5,0 c

 $<sup>^{1}</sup>$ Médias marcadas com letras iguais em uma mesma coluna não diferem entre si significativamente pelo teste de Tukey (p  $\leq$  0,05).

A aceitação do óleo de noz-pecã iniciou seu decréscimo significativo ( $p \le 0,05$ ) com 90 dias, e foi acentuada após 120 dias de armazenamento. No entanto, é importante destacar que aos 90 dias, apesar do declínio, as médias se apresentaram ao nível correspondente a "gostei moderadamente" na escala utilizada. Considerando que a nota 6,0 representa o ponto de corte, o óleo manteve características adequadas de aroma por 120 dias, de sabor durante 90 dias e de aceitação global por 90 dias.

#### 5.9.3 Correlação entre perfil sensorial e aceitação

A Figura 12 mostra a correlação entre os atributos sensoriais e a aceitação do óleo de nozpecã em função do tempo de armazenamento.

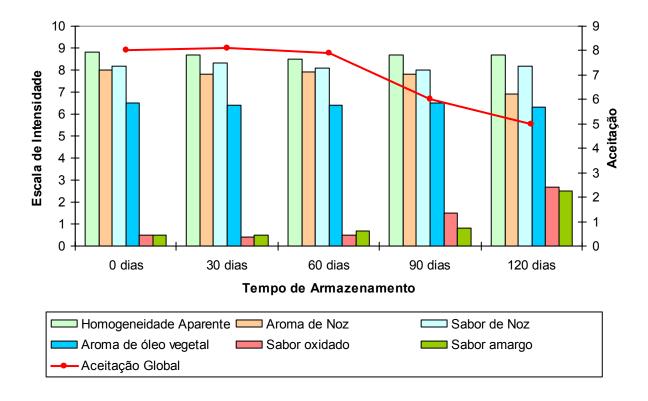


Figura 12. Médias dos atributos sensoriais e aceitação de óleo de noz-pecã em função do tempo de armazenamento.

As médias de aceitação global foram analisadas em relação aos termos descritores. Foi possível verificar que houve correlação linear negativa significativa ( $p \le 0.05$ ) entre sabor oxidado, amargor e aceitação. É possível evidenciar o declínio da aceitação após 90 dias de armazenamento e aumento do gosto amargo e sabor oxidado no mesmo período.

De acordo com os resultados da análise sensorial, foi possível concluir que o óleo de nozpecã manteve-se sensorialmente inalterado até 60 dias de armazenamento, sendo que, a partir de 90 dias, ocorreu aumento significativo do sabor oxidado e amargor com diminuição do sabor de noz ( $p \le 0,05$ ), que ocorreu simultaneamente com o declínio significativo ( $p \le 0,05$ ) da aceitação do óleo. Após 120 dias de armazenamento, as mudanças tornaram-se mais pronunciadas.

## 6 CONCLUSÕES

A noz-pecã pode ser considerada excelente fonte de energia, além de fornecer bons níveis de proteínas, minerais e fibras alimentares.

A torta de noz-pecã é um alimento com excelentes características nutricionais e com valor calórico significativamente reduzido em relação à noz devido à prensagem para obtenção do óleo.

As análises de índice de peróxido e índice de extinção específica das nozes mostraram-se positivamente correlacionadas, assim como a análise de cor instrumental apresentou correlação negativa, porém bastante significativa com a análise sensorial.

Não foram observadas diferenças significativas entre os resultados obtidos em relação à qualidade das nozes das diferentes embalagens estudadas durante o período de armazenamento de 150 dias.

De acordo com os resultados obtidos nas análises físico-químicas e na análise sensorial, a vida de prateleira das nozes foi estimada em 120 dias.

O óleo de noz-pecã é uma excelente fonte de ácidos graxos monoinsaturados e apresenta teores de  $\gamma$ -tocoferol, a fração com maior atividade antioxidante, maiores em relação a outros tipos de nozes.

As análises físico-químicas do óleo mostraram resultados que não puderam ser relacionados aos da análise sensorial, pois apesar de a estabilidade oxidativa do mesmo ter sido determinada como 9,8 horas, o que indica alta estabilidade, as alterações sensoriais puderam ser percebidas a partir de 60 dias de armazenamento, sendo este determinado como o seu período de vida útil.

# 7 REFERÊNCIAS

AHMED, M. K.; DAUN, J. K; PRZYBYLSKI, R. FT – IR based methodology for quantitation of total tocopherols, tocotrienols and plastochromanol-8 in vegetable oils. **Journal of Food Composition and Analysis**, v.18, p. 359 – 364, 2005.

AKED, J. Fruits and Vegetables. KILCAST, D. e SUBRAMANIAN, P. (Eds). The Stability and Shelf-life of Food. CR Press LLC, Boca Raton, EUA.

ALASALVAR, C.; SHAHIDI, F.; LIYANAPATHIRANA, C. M; OHSHIMA, T. Turkist Tombul hazelnut (*Corylus avellana* L.). 1. Compositional Characteristics. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 51, p. 3790 – 3796, 2003.

ALVES, M. A. de O., ARRUDA, C. S. A., OGLIARI, P. J., MEINERT, E. M., TEIXEIRA, E., BARRERA-ARELLANO, D., BLOCK, J. M. 2005. Efecto de la adición del absorbedor UV (Tinuvin 234) sobre la calidad del aceite de soja em envases de polietileno tereftalato (PET). **Grasas y Aceites**, v. 53, n.4, p. 245 – 253.

AMARAL, J. S.; ALVES, M. R.; SEABRA, R. M.; OLIVEIRA, B. P. P. Vitamin E composition of walnuts (*Junglans regia* L.): a 3-year comparative study of different cultivars. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 53, p. 5467 – 5472, 2005.

AMARAL, J. S.; CASAL, S.; PEREIRA, J. A.; SEABRA, R. M.; OLIVEIRA, B. P. P. Determination of sterol and fatty acid compositions, oxidative stability, and nutritional value of six walnut (*Junglans regia* L.) cultivars grown in Portugal. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 51, p. 7698 – 7702, 2003.

AMERICAN OIL CHEMIST'S SOCIETY - AOCS. Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists Society, Champaign, IL., 2004.

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION – APHA. Compendium of Methods for the Microbiological Examination of Foods, 4rd ed., Ed. Washington, D.C.,2001 1219p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. **NBR 14140**: alimentos e bebidas - análise sensorial - teste de análise descritiva quantitativa (ADQ). Rio de Janeiro, 1998.

ASSOCIAÇÃO RIOGRANDENSE DE EMPREENDIMENTOS DE ASSISTÊNCIA TÉCNICA E EXTENSÃO RURAL – EMATER, disponível em http://: <a href="www.emater.tche.br">www.emater.tche.br</a>, acesso em 05/02/2007.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS – AOAC. Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists. 2005.

BRAMLEY, P. M.; ELMADFA, I.; KAFATOS, A.; KELLY, F. J.; MANIOS, Y.; ROXBOROUGH, H. E.; SCHUCH, W.; SHEEHY, P. J. A.; WAGNER, K-H. Rewiew Vitamin E. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 80, p. 913 - 938, 2000.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária — Ministério da Saúde. Resolução RDC nº 270, de 22 de Setembro de 2005. **Regulamento técnico para fixação de identidade e qualidade de óleos e gorduras vegetais**. Brasília: Diário Oficial da União, 2005.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária – Ministério da Saúde. Resolução RDC nº 12, de 02 de janeiro de 2001. **Regulamento técnico sobre padrões microbiológicos para alimentos.** Brasília, Diário Oficial da União, 2001.

BRASIL. MINISTÉRIO DA AGRICULTURA PECUÁRIA E ABASTECIMENTO - MAPA, disponível em <a href="http://www.agricultura.gov.br">http://www.agricultura.gov.br</a>>, acesso em 03/03/2007.

BUERA, M. P.; LOZANO, R. D., PETRIELLA, C. **Definition of colour in the nonenzymatic browning process.** Die Farbe, 1986.

CAPELLA, P. Problemi di conservazione delle sostanze grasse. La Rivista Italiana delle Sostanze Grasse, v. 58, n. 3, p. 119 – 24, 1981.

CHAMPE, P. C.; HARVEY, R. A. Bioquímica Ilustrada. 2ª ed, Artmed, Porto Alegre, 1996.

CHUN, J., LEE, J.; EITENMILLER, R. R. Vitamine E and Stability During Storage of Raw and Dry Roasted Peanuts Packaged under Air and Vacuum. **Journal of Food Science**, v. 70, n. 4, p. 292 – 297, 2005.

CHUN, J.; LEE, J.; EITENMILLER, R. Effects of Variety and Crop Year on Tocopherols in Pecan. **Journal of Food Science**, v. 67, p. 1356-1359, 2002.

CREWS, C.; HOUGH, P.; GODWARD, P.; BRERETON, P.; LEES, M.; GUIET, S.; WINKELMANN, W. Study of the main constituents of some authentic walnut oils. **Journal of Agricultural and Food Chemistry,** v. 53, p. 4853 – 4860, 2005.

DAMÁSIO, M. H., COSTELL, E. Análisis sensorial descriptivo: Generación de descriptores y selección de catadores. Rev. **Agroquím. Tecnol. Alim.**, v.31, n.2, p.165 – 168, 1991.

DE MARCHI, R.; MONTEIRO. M.; CARDELLO, H. M. B. Avaliação da Vida-de-Prateleira de um Isotônico Natural de Maracujá (*Passiflora edulis* Sims. f. flavicarpa Deg.). **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 6 n. 2, p. 292 – 300, 2003.

ERICKSON, M. C.; SANTERRE, C, R.; MALINGRE, M. E. Oxidative stability in raw and roasted pecans: chemical, physical and sensory measurements. **Journal of Food Science**, v. 59, n. 6, p. 1234 – 1239, 1994.

FIRESTONE, D. Physical and Chemical Characteristics of Oils, Fats and Waxes. AOCS Press, Washington, DC. 1999.

- FORBUS, W. R. JR; SENTER, S. D.; LYON, B.G.; DUPUY, H. P. Correlation of objective and subjective measurements of pecan kernel quality. **Journal of Food Science**, v. 45, p. 1376 1379, 1980.
- GAMLI, Ö.; F. HAYOGLU, I. The effect of the different packaging and storage conditions on the quality of pistachio nut paste. **Journal of Food Engineering**, v. 78, n. 2, p. 443 448, 2007.
- GARCÍA-PASCUAL, P.; MATEOS, M.; CARBONELL, V.; SALAZAR, D. M. Influence of storage conditions on the quality of shelled and roasted almonds. **Biosystems Engineering**, v. 84, n. 2, p. 201 209, 2003.
- GORDON, M. H. The development of oxidative rancidity in foods. In: POKORNÝ, J.; YANISHLIEVA, N.; GORDON, M. H. (Eds). **Antioxidants in Food Practical Applications,** Woodhead Publishing Ltd., Cambridge, 2001.
- GRAY, J. I. Simple chemical and physycal methods for measuring flavor quality of fats and oils. In: MIN, D.B. e SMOUSE, T.H. (Eds.) **Sabor chemistry of fats and oils**. American Oil Chemist's Society, p. 223 239, 1985.
- GUTIERREZ, E. M. R.; REGITANO-D'ARCE, M. A. B.; RAUEN-MIGUEL, A. M. O. Estabilidade oxidativa do óleo bruto de castanha do Pará (*Bertholletia excelsa*). **Ciência e Tecnologia de Alimentos,** v. 17, n. 1, p. 22 27, 1997.
- HILST, M. A. S. Avaliação da Estabilidade de óleo de soja acondicionado em latas e na embalagem Tetra Brik. Campinas, 1999. Dissertação (Mestre em Tecnologia de Alimentos) Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Brasil. 101p.
- HRAS, A. R.; HADOLIN, M.; KNEZ, Z.; BAUMAN, D. Comparison of antioxidative and synergistic effects of rosemary extract with  $\alpha$ -tocopherol, ascorbyl palmitate and citric acid in sunflower oil. **Food Chemistry**, v. 71, p. 229 233, 2000.
- INTERNATIONAL NUT TREE COUNCIL INC, disponível em http://:www.nuthealth.org, acesso em 14/01/2007.
- KAIJSER, A.; DUTTA, P.; SAVAGE, G. Oxidative stability and lipid composition of macadamia nuts grown in New Zealand. **Food Chemistry**, v. 71, p. 67-70, 2000.
- KAMAL-ELDIN, A. Minor Components of fats and oils. In: SHAHIDI, F. (Ed). **Bailey's Industrial Oil and Fat Products**, v. 3, 6th ed. EUA, John Wiley & Sons, Inc., 2005.
- KAYA, A.; TEKIN, A. R; ONER, M. D. Oxidative stability of sunflower and olive oils: comparison between a modified active oxygen method and long term storage. **Lebensmittel Wissenchat Techonologie**, v. 26, n. 05, p. 464 468, 1993.

KILCAST, D. Sensory Evaluation Methods for Shelf-life Assessment. In: KILCAST, D.; SUBRAMANIAN, P. (Eds). **The Stability and Shelf-life of Food.** Woodhead Publishing Limited, Cambridge and CRC Press LLC, Boca Raton, 2000.

KOŁAKOWSKA, A. Lipid Oxidation in Food Systems. In: SIKORSKI, Z. E.; KOLAKOWSKA, A. (Eds). Chemical and Functional Properties of Food Lipids. CRC Press LLC, Boca Raton, 2003.

KORNSTEINER, M.; WAGNER, K. H.; ELMADFA, I. Tocopherols and total phenolics in 10 different nut tipes. **Food Chemistry**, v. 98, p. 381 – 387, 2006.

LAMBELET, P.; SAUCY, F.; LÖLIGER. J. Mecanismos de Acción de los Antioxidantes. Asociación Argentina de Grasas y Aceites. Libro 10° Aniversario. Recopilación de Artículos Técnicos de 1990/2000. Ed. 1-41, Tomo II, p. 693 – 695, 2001.

MASKAN, M.; KARATAS, S. Storage stability of whole-split pistachio nuts (*Pistachia vera* L.) at various conditions. **Food chemistry**, v.66, p. 227 – 233, 1999.

MAZZA, G.; JAYAS, D. S. Controlled and Modified Atmosphere Storage. In: ESKIN, N. A. M.; ROBINSON, D. S. (Eds.) Food Shelf Life Stability – Chemical, Biochemical and Microbiological Changes. CRC Press LLC, Boca Raton, 2001.

MEILGAARD, M.; CIVILLE, G. V.; CARR, B. T. Affective Tests: Consumer Test and In-House Panel Acceptance Tests. In: **Sensory Evaluation Techniques.** 3rd ed., CRC Press, London, 1999.

MUNÕZ, A. M.; CIVILLE, V. G. e CARR, B. T. Sensory evaluation in quality control. Reinhold USA, Van Mostrand, 1992.

MOSKOWITZ, H.R. **Product testing and sensory evaluation of foods**. Westport: Food & Nutrition Press, 1983. 605 p.

NOGALA-KALUCKA, M.; KORCZAK, J.; DRATWIA, M.; LAMPSRT-SZCZAPA, E.; SIGER, A.; BUCHOWSKI, M. Changes in antioxidant activity and free radical scavenging potential of rosemary extract and tocopherols in isolated rapeseed oil triacylgliycerols during accelerated tests. **Food Chemistry**, v. 93, p. 227 – 235, 2005.

NOGALA-KALUCKA, M. Fat Soluble Vitamins. In: SIKORSKI, Z. E. e KOLAKOWSKA, A. (Eds). Chemical and Functional Properties of Food Lipids. CRC Press LLC, Boca Raton, 2003.

NOVAIS, V. L. D. de. Química Orgânica. São Paulo: Atual, 2000, v. 3, 500 p.

O'BRIEN, R. D. Fats and Oils – Formulating and Processing for Applications. 2nd ed., CRC Press LLC, Boca Raton, 2004.

- ORTIZ, E. R. N. **Propriedades nutritivas e nutracêuticas das nozes**. Santa Cruz do Sul, 2000. Monografia (Especialização em Ciência de Alimentos) Universidade de Santa Cruz do Sul, UNISC, Santa Cruz do Sul, Brasil. 45 p.
- PAO, S. KALANTARI, A. HUANG, G. Utilizing acidic sprays for eliminating *Salmonella enterica* on raw almonds. Journal of Food Science, v. 71, n. 1, p.14-19.
- POKORNÝ, J.; PARKÁNYIOVÁ, J. Lipids with antioxidant properties. **Healthful Lipids**. AOCS Press, 2005.
- POWERS, J. J.; CENCIARELLI, S.; SHINHOLSER, K. El uso de programas estadísticos generales en la evaluación de los resultados sensoriales. **Rev. Agroquim. Tecnol. Alim.,** v. 24, p.469 484, 1984.
- PRADO-FILHO, L. G. do. Umidade relativa de equilíbrio e oxidação de lipídios em farinhas de castanha-do-Pará, de macadâmia e de soja. **Scientia Agrícola**, v. 51, n. 2, p. 357 362, 1994.
- RAMALHO, V. C.; JORGE, N. Antioxidantes utilizados em óleos, gorduras e alimentos gordurosos. **Química Nova**, v. 29, n. 4, p.755 760, 2006.
- RIBEIRO, M. A. A.; REGITANO-D'ARCE, M. A. B.; LIMA, U. A.; BAGGIO, C. E. Armazenamento de castanha-do-Pará com e sem casca: efeito da temperatura na resistência ao ranço. **Scientia Agrícola**, v. 50, n 3, p. 343 348, 1993.
- RODRIGUES, C. E. C.; SILVA, F. A.; MARSAIOLI JR; MEIRELLES, A. J. A. Deacidification of Brasil Nut and Macadamia Nut Oils Solvent Extraction: Liquid-Liquid Equilibrium Data at 298,2 K. **Journal of Chemical and Engineering Data**, v. 50, n. 2, p. 517-523, 2005.
- ROSSEL, J. B. Measurement of rancidity. In: ALLEN, J. C.; HAMILTON, R. J. Rancidity in Foods. London: Applied Science, 1983, p. 21-45.
- SANDI, D.; CHAVES, J. B. P.; SOUZA, A. C. G; SILVA, M. T. C.; PARREIRAS, J. F. M. Correlações entre características físico-químicas e sensoriais em suco de maracujá-amarelo (*Passiflora edulis* var. *flavicarpa*) durante o armazenamento. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 23, n. 3, p. 355 361, 2003.
- SHAHIDI, F.; MIRALIAKBARI, H. Tree Nut Oils. In: SHAHIDI, F. (Ed). **Bailey's Industrial Oil and Fat Products**. v. 3, 6th ed.. John Wiley & Sons, Inc. EUA, 2005.
- SHAHIDI, F.; ZHONG, Y. Lipid Oxidation: Measurements Methods. In: SHAHIDI, F. (Ed). **Bailey's Industrial Oil and Fat Products**. v. 1, 6th ed. John Wiley & Sons, Inc. EUA, 2005.
- SINGANUSONG, R.; MASON, R. L.; e D'ARCY, B. R. D. Compositional changes of Australia-grown western schley pecans [*Carya illinoinensis* (Wangenh.) K. Koch] during maturation. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 51, p. 406 412, 2003.

STONE, H., SIDEL, J., **Sensory evaluation practices.** New York: Academic Press, 4eth. Ed. 2004. 367p.

STONE, H.; SIDEL, J. L. **Sensory evaluation practices.** 2nd ed. San Diego: Academic Press, 1993. 338 p.

UNITED STATES DEPARTMENT OF AGRICULTURE – USDA. **National Nutrient Database for Standard Reference,** Release 19 (2006), disponível em: <a href="http://www.nal.usda.gov/fnic/foodcomp/search">http://www.nal.usda.gov/fnic/foodcomp/search</a>, acesso em 21/04/2007.

VALENZUELA, A. B.; NIETO S. K. Los antioxidantes: protectores de la calidad en la industria alimentaria. **Asociación Argentina de Grasas y Aceites. Libro 10º Aniversario. Recopilación de Artículos Técnicos de 1990 - 2000.** Ed 1 - 41, Tomo III, p. 85 – 94, 2001.

VENKATACHALAM, M. Chemical composition of select pecan [Carya illinoinensis (Wangenh.) K. Koch] varieties and antigenic stability of pecan proteins. Florida, 2004. Dissertation – (Doctor of Philosophy) - College of Human Sciences, The Florida State University, USA. 90 p.

VERLEYEN, T.; VERHE, R.; HUYGHEBAERT, A.; DEWETTINCK, K.; DE GREYT, W. Identification of  $\alpha$ -tocopherol oxidation products in triolein at elevated temperatures. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 49, p. 1508 – 1511, 2001.

VILLARREAL-LOZOYA, J. E.; LOMBARDINI, L.; ZEVALLOS, L. C. Phytochemical constituents and antioxidant capacity of different pecan [*Carya illinoinensis* (Wangenh.) K. Koch] cultivars. **Food Chemistry**, v. 102, n. 4, p.1241 – 1249, 2007.

WAKELING, L. T.; MASON, R. L.; D'ARCY, B. R.; CAFFIN, N. A. Composition of pecan cultivars Wichita and Western Schley [*Carya illinoinensis* (Wangenh.) C. Koch] grown in Australia. **Journal of Agricultural and Food Science**, v. 49, p. 1277 – 1281, 2001.

WANASUNDARA, P. K. J. P. D.; SHAHIDI, F. Antioxidants: Science, Technology, and Applications. In: SHAHIDI, F. (Ed). **Bailey's Industrial Oil and Fat Products**. v. 1, 6th ed. John Wiley & Sons, Inc. EUA, 2005.

WARNER, K. Sensory evaluation of sabor quality of oils. In: MIN, D.B.; SMOUSE, T.H. (Eds.) **Sabor chemistry of fats and oils.** Champain: American Oil Chemist's Society, 1985. p. 207-221.

ZAMBIAZI, C. Oxidation reactions of vegetable oils and fats. **Boletim SBCTA**, v. 33, n. 1, p. 1 –7, 1999.

# **APÊNDICE A** – Escalas utilizadas para a análise sensorial de nozes.

<u> </u>
NOME:DATA:
Nº da amostra:
Prove a amostra codificada de noz-pecã e avalie o quanto você gostou ou desgostou da amostra utilizando a escala
abaixo:
9. Gostei muitíssimo
8. Gostei muito
7. Gostei moderamdamente
6. Gostei levemente
5. Indiferente
4. Desgostei levemente
3. Desgostei moderadamente
2. Desgostei muito
1. Desgostei muitíssimo
Aceitabilidade Global:
Cor:
Aparência:
Comentários:

NOME:DATA:
Nº da amostra:
Prove a amostra codificada de noz-pecã e avalie o quanto você gostou ou desgostou da amostra utilizando a escala
abaixo:
9. Gostei muitíssimo
8. Gostei muito
7. Gostei moderamdamente
6. Gostei levemente
5. Indiferente
4. Desgostei levemente
3. Desgostei moderadamente
2. Desgostei muito
1. Desgostei muitíssimo
Odor:
Sabor:
Textura:
Comentários:

APÊNDICE B – Artigo em espanhol aceito para publicação pela revista GRASAS Y ACEITES

Evaluación de la calidad durante el almacenamiento de nueces Pecán [*Carya illinoinensis* (Wangenh.) C. Koch] acondicionadas en diferentes envases

Tatiana Oro¹, Paulo José Ogliari¹, Renata Dias de Mello Castanho Amboni¹, Daniel

Barrera-Arellano² y Jane Mara Block¹ \*

<sup>1</sup>Centro de Ciências Agrárias, Departamento de Ciência de Alimentos, UFSC – Florianópolis – SC, Brasil.

<sup>2</sup> Faculdade de Engenharia de Alimentos, Departamento de Tecnologia de Alimentos – UNICAMP, Campinas – SP, Brasil.

<sup>\*</sup> Rodovia Admar Gonzaga, 1346, CCA – Departamento de Ciência e Tecnologia de Alimentos, UFSC, Itacorubi, Florianópolis, SC – Brasil. CEP 88034-000. E-mail: janeblock@gmail.com

Evaluación de la calidad durante el almacenamiento de nueces Pecán [Carya

illinoinensis (Wangenh.) C. Kochl acondicionadas en diferentes envases

Resumen

En el presente trabajo, fueron evaluadas las alteraciones en la calidad de nueces Pecán

almacenadas en película plástica de nilón-polietileno al vacío y en recipientes plásticos de

polipropileno, en temperatura ambiente, durante 150 días. La composición nutricional, en ácidos

grasos (62,5 % de ácido oleico) y el contenido de tocoferoles (30 mg/kg de γ-tocoferol) de las

nueces Pecán, indican características nutricionales interesantes. Durante el almacenamiento de las

nueces, el contenido de humedad no sufrió cambios significativos, mas ocurrió un oscurecimiento

gradual y significativo de la superficie de las nueces. Las alteraciones en los índices de acidez

(0,17 – 0,37 y 0,19 – 0,57 inicial y final para los envases de película plástica y polipropileno,

respectivamente), peróxido (1.0 - 2.7 y 1.1 - 4.7) y extinción específica a 232 nm (0.98 - 1.99 y)

0.96 - 2.16) y 270 nm (0.11 - 0.33 y 0.04 - 0.15) en el aceite extraído fueron significativas. La

calidad microbiológica fue excelente y no fue detectada la presencia de Salmonella sp. A través

del análisis sensorial se determinó la vida de anaquel del producto como 120 días. No fueron

encontradas diferencias significativas entre los dos tipos de envases utilizados.

Palabras-Clave: nuez Pecán, Carya illinoinensis, vida de anaquel, calidad.

82

Quality evaluation during storage of Pecan nuts [Carya illinoinensis

(Wangenh.) C. Koch| in different packaging

Abstract

In the present work, quality changes of Pecan nuts stored in nylon-polyethylene plastic film under

vacuum and in polypropylene plastic recipients, at ambient temperature, during 150 days, were

evaluated. The nutritional composition, fatty acid composition and tocopherol content of the

Pecan nuts reveal interesting nutritional characteristics and an oil with high contents of mono-

unsaturated fatty acids and y-tocopherol. During storage, moisture content did not suffer

significant changes, but a gradual and significant darkening of the surface of the nuts occurred.

The changes in acid value, peroxide value and specific extinction of the extracted oil were

significant. The microbiological quality was excellent and the presence of Salmonella sp. was not

detected. Through sensory analysis, the shelf-life of the product was determined as 120 days. No

significant differences were found between the two types of packaging used.

**Key-words:** Pecan nut, *Carya illinoinensis*, shelf-life, quality.

# INTRODUCCIÓN

Las nueces Pecán [*Carya illinoinensis* (Wangenh.) K. Koch] son nativas de América del Norte y pueden ser encontradas desde Nebraska e Iowa en los Estados Unidos hasta el sur de México (Venkatachalam, 2004).

La producción industrial de nueces fue iniciada hace más de cien años, siendo actualmente los Estados Unidos responsables por más de 80% de la producción mundial (Venkatachalam, 2004). Otros países productores incluyen México, Australia, Israel, Brasil y Argentina (Ortiz, 2000).

Aunque Brasil es un importante productor de nueces, como nuez de Pará ("Brazil nut"), nuez de la India ("Cashew nut") y nuez de Macadamia ("Australian nut"), la producción de nuez "Pecan" está concentrada en la región Sur (Estados de Rio Grande do Sul, Santa Catarina, Paraná y São Paulo). Según los datos del Ministerio de Agricultura, se producen anualmente en Brasil dos mil toneladas de nueces, con un rendimiento medio de 1.022 kg/ha (Brasil, 2007).

Las nueces son muy apreciadas por su sabor y textura agradables, y son utilizadas (crudas, tostadas y/o saladas) en ensaladas, postres, helados, "snacks" y en productos de panadería y confitería. Las nueces son comercializadas con o sin cáscara, en mitades, en pedazos de diferentes tamaños o molidas (harina), y también pueden servir como materia-prima para la extracción de aceite.

Las nueces tienen un contenido elevado de lípidos, que alcanza hasta 75%, dependiendo de la variedad, del local de producción, de la composición del suelo y de la época de cosecha. Como la mayoría de las nueces, las nueces Pecán contienen ácidos grasos de 16 y 18 carbonos. Aproximadamente 98% de los triacilglicéridos son compuestos por los ácidos palmítico, esteárico, oleico, linoleico y linolénico. Los ácidos grasos insaturados representan la mayor parte

de la fracción lipídica, siendo el ácido oleico el ácido graso predominante (Venkatachalam, 2004). Algunos estudios sugieren que puede existir una relación entre el consumo frecuente de nueces y la reducción de la incidencia de enfermedades cardíacas coronarias (Crews *et al.*, 2005; Kornsteiner *et al.*, 2006).

Alimentos ricos en lípidos son muy susceptibles a la oxidación y con frecuencia se tornan rancios durante el almacenamiento (Valenzuela y Nieto, 2001), resultado del desarrollo de sabores y olores desagradables, además de la destrucción de compuestos nutricionalmente importantes, como vitaminas liposolubles, ácidos grasos esenciales, carotenoides, aminoácidos, proteínas o enzimas. Este tipo de deterioración reduce la vida útil y compromete la integridad y seguridad de los alimentos, debido a la producción de compuestos fisiológicamente activos (Maskan y Karatas, 1999).

La oxidación lipídica se ve afectada por factores como la composición en ácidos grasos, contenido y actividad de pro y antioxidantes, radiación ultravioleta, temperatura, presencia de iones metálicos, presión de oxígeno, superficie de contacto con el oxígeno y actividad de agua (Kolakowska, 2003).

La calidad de las nueces y su estabilidad dependen de la composición inicial, además de las prácticas de manejo durante el cultivo y cosecha y de los métodos utilizados en el procesamiento, envase y almacenamiento. El envase representa un papel fundamental, una vez que representa una barrera para algunos de los factores involucrados en el proceso de oxidación y en la pérdida de calidad, como luz, oxígeno y vapor de agua.

Aunque existe un aumento en la producción y comercialización de nueces en Brasil, se conoce muy poco sobre las características nutricionales y estabilidad oxidativa de estos productos y sobre los cambios en su calidad físico-química, sensorial y microbiológica durante el almacenamiento.

El objetivo de este trabajo fue evaluar los cambios en la calidad de nueces a través de la determinación de las características físico-químicas del aceite extraído y características sensoriales y microbiológicas de las nueces, durante el almacenamiento por 150 días en envases plásticos de polipropileno y en películas plásticas de nilón-polietileno al vacío.

## MATERIAL Y MÉTODOS

#### Material

Nueces Pecán [Carya illinoinensis (Wangenh.) K. Koch] compuestas por una mezcla de las variedades: Barton (cerca de 50%), Shoshone, Shawnee, Choctaw y Cape Fear, cosecha 2006, provenientes de varias propiedades rurales de la región de Cachoeira do Sul, RS, Brasil.

Las nueces en mitades fueron descascaradas, seleccionadas y envasadas por la empresa Divinut Indústria de Nozes Ltda., en película de nilón-polietileno al vacío y en recipientes plásticos de polipropileno, ambos con capacidad para 100 g.

### **Procedimiento Experimental**

### Determinación de la composición nutricional de las nueces

La composición nutricional fue determinada de acuerdo con la metodología de la Association of Official Analytical Chemists (AOAC, 2005), a través de los siguientes análisis: humedad (925.09); proteínas (920.87); lípidos totales (920.85); fibras totales, solubles e insolubles (991.43) y minerales (923.03); los carbohidratos fueron estimados por diferencia. La composición en ácidos grasos y los tocoferoles fueron determinados por los métodos AOCS (2003) Ce 1-91 y Ce 8-89, respectivamente.

#### Determinación de la calidad durante el almacenamiento

Los envases conteniendo las nueces fueron mantenidos en local con temperatura (media de  $23,1\pm2,1^{\circ}$ C) y humedad relativa ( $55,6\pm4,5\%$ ) controladas por 150 días.

A cada 15 días, una porción de 50 g de nueces fue molida y prensada en una prensa hidráulica (TECNAL, modelo TE-098), obteniéndose el aceite crudo utilizado para la

determinación de los siguientes parámetros relacionados con la calidad de las nueces, utilizando los métodos oficiales de la American Oil Chemists' Society (AOCS, 2003): humedad y compuestos volátiles (Ca 2c-25); índice de peróxido (Cd 8-53); índice de acidez (Cd 3d-63) y extinción específica a 232 y 270 nm (Ch 5-91). La estabilidad oxidativa fue estimada mediante el método OSI (Cd 12b-92) en el aceite extraído en el inicio del experimento.

Las determinaciones microbiológicas se realizaron a cada 30 días, siguiendo la metodología oficial da American Public Health Association (APHA, 2001) para recuento total de hongos y levaduras, coliformes a 45°C y *Salmonella* sp.

### Color

El color de las nueces fue determinado a cada 30 días, de acuerdo con el sistema de evaluación de la CIE Lab (Comission International de l'Eclairage) utilizando un colorímetro marca Minolta Chromo Meter CR 400 (Minolta, Osaka, Japón), acoplado a un procesador DP-100, escala de color L, a y b, donde L corresponde a la luminosidad (0 = negro a 100 = blanco); a corresponde a la variación del color de verde a rojo (de -80 hasta cero = verde, de cero a +100 = rojo); y b corresponde a la variación del color de azul a amarillo (de -100 hasta cero = azul, de cero a +70 = amarillo). Se calculó (seis repeticiones) el índice de oscurecimiento (IO), de acuerdo con la ecuación (Buera *et al.* , 1985):

IO = 
$$\underline{100(x-0.31)}$$
  
 $0.172$   
donde,  $x = \underline{a+1.75L}$   
 $5.645L + a - 3.012b$ 

#### Análisis Sensorial

Las nueces acondicionadas en los diferentes envases fueron evaluadas a cada 30 días utilizándose una escala hedónica estructurada de 9 puntos (1 = me disgustó muchísimo; 9 = me gustó muchísimo) (Meilgaard *et al.*, 1999). La nota 6,0 de la escala fue definida como el límite de calidad o aceptabilidad (*cut-off*) (Muñoz *et al.*, 1992). La aceptablidad sensorial fue evaluada en relación a apariencia, color, olor, sabor, textura e impresión global por 30 consumidores de nueces. Las muestras fueron evaluadas en cabines individuales con luz blanca y enseguida con luz roja, para ocultar el color. Las muestras de cerca de 5 g fueron servidas a los evaluadores de forma monádica y balanceada con números de 3 dígitos aleatorios.

### Análisis Estadístico

El análisis estadístico fue realizado utilizando el programa Statistica, Versión 6.0, con un nivel de confianza de p < 0,05. Se efectuó análisis de correlación lineal simples para todas las variables analizadas para cada tratamiento y entre los tratamientos a través del tiempo. Para verificar la dependencia entre las variables fue utilizada la correlación de Pearson. El análisis de contrastes fue realizado para verificar las diferencias estadísticas entre los tratamientos.

# RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### Composición nutricional

En la Tabla 1, se presentan los resultados de la composición de las nueces. De acuerdo con los resultados obtenidos, los lípidos representan la fracción principal (cerca de 70%) de este tipo de nuez. Los valores obtenidos corresponden a valores reportados en la literatura, entre 60 y 75%, dependiendo de la variedad, local y año de producción, composición del suelo y época de cosecha (Villarreal-Lozoya *et al.*, 2007; Shahidi y Miraliakbari, 2005; Firestone, 1999). El contenido de proteínas (9,9%) es similar al obtenido en nueces australianas, entre 9,0 y 10,4% (Singanusong *et al.*, 2003). El porcentaje de minerales (1,4%) es similar al reportado por el Departamento de Agricultura de los Estados Unidos (USDA, 2007), de 1,5%. El contenido de agua (3,7%) está entre los valores ideales para la conservación de nueces, entre 3,5 y 4,0 % (Shahidi y Miraliakbari, 2005). Los resultados obtenidos para fibras totales (7,8 %) son superiores a los publicados por Wakeling *et al.* (2001) para nueces de las variedades Wichita e Western Schley, producidas en tres cosechas diferentes, que oscilaron entre 2,9 y 4,2%. El valor calórico calculado, de 726,7 kcal/g, es ligeramente superior al reportado por Maskan y Karatas (1999), de 700 kcal/100 g.

En la Tabla 2, se muestra la composición en ácidos grasos del aceite extraído de las nueces Pecán, donde los ácidos grasos predominantes fueron los ácidos oleico (62,5%) y linoleico (27,5%). Estos resultados son similares a los reportados por Wakeling *et al.* (2001), para aceite de nueces Pecán, variedades Wichita y Western Schley, con valores medios de 55,33% de ácido oleico y 32,88% de linoleico. Villarreal-Lozoya *et al.* (2007) reportaron rangos de 53 a 75% para oleico y de 15 a 36% para linoleico en siete variedades producidas en los Estados Unidos.

El contenido de tocoferoles en el aceite fue de 30,0 mg/100 g de  $\gamma$ -tocoferol; ningún otro tocoferol fue detectado. Kornsteiner *et al.* (2006) indicaron valores de tocoferoles de 14,8 mg/100 g β- y  $\gamma$ -tocoferol y 0,2 mg/100 g δ-tocoferol en nueces de Austria y Grecia. Chun *et al.* (2002) reportaron valores de 22,0, 20,1, 23,9 y 29,3 mg/100 g de  $\gamma$ -tocoferol, para las variedades Seedling, Desirable, Stuart y Schley, respectivamente. El USDA (2006) considera, en media, 2,53 mg/100 g de  $\alpha$ -tocoferol, 0,35 mg/100 g de  $\beta$ -tocoferol, 24,2 g/100 g de  $\gamma$ -tocoferol y 1,07 g/100 g de  $\delta$ -tocoferol. En este trabajo, además de solo haber detectado  $\gamma$ -tocoferol, la concentración fue superior a los valores encontrados en la literatura citada.

#### Determinación de la calidad durante el almacenamiento

En la Tabla 3, son mostrados los resultados obtenidos para el índice de acidez y la humedad y compuestos volátiles de las nueces almacenadas en película de nilón-polietileno al vacío y en recipientes plásticos durante 150 días, determinados en el aceite extraído de las nueces.

Los resultados para humedad variaron entre 0,04 y 0,07% y entre 0,08 y 0,06% para las nueces almacenadas en recipientes y película, respectivamente. Los valores máximos fueron alcanzados a los 90 días de almacenamiento. Fue observada una variación lineal no significativa ( $p \ge 0,05$ ) con respecto al tiempo, con una tendencia de aumento en los recipientes y de reducción en las películas al vacío. El análisis de contrastes indicó una diferencia significativa (p < 0,05) en el contenido de humedad entre los dos tipos de envases.

En relación al índice de acidez, fue observada una variación entre 0,17 y 0,37 mg KOH/g para las nueces almacenadas en recipientes plásticos y entre 0,19 y 0,57 mg KOH/g para aquellas almacenadas en películas al vacío. Esta variación en el tiempo fue estadísticamente significativa

 $(p \le 0,0001, \ R^2 = 0,8712 \ y \ 0,7921, \ para recipientes plásticos y película de nilón-polietileno al vacío, respectivamente), sin embargo el análisis de contrastes mostró que no hubo diferencias significativas debidas al tipo de envase <math>(p \ge 0,05)$ .

Gamli y Hayoglu (2007) no encontraron diferencias significativas en el almacenamiento de pasta de pistachos en envases transparentes de polietileno, con y sin vacío, a 4 y 20°C, por un período de 210 días.

En la Tabla 4, son mostrados los resultados para los parámetros índice de peróxido y extinción específica, relacionados a la calidad y medidos en el aceite extraído de las nueces almacenadas en película de nilón-polietileno al vacío y en recipientes plásticos de polipropileno por 150 días.

Los valores de índice de peróxido (IP) determinados para las nueces variaron entre 1,04 y 2,66 meq O<sub>2</sub>/kg y 1,14 y 4,67 meq O<sub>2</sub>/kg al inicio y después de 150 días de almacenamiento, para las nueces en película de nilón-polietileno al vacío y en recipientes plásticos de polipropileno, respectivamente.

El análisis de regresión indicó que el índice de peróxido cambió significativamente en el período de almacenamiento en los dos tipos de envases ( $R^2 \ge 0,5958$  y p  $\le 0,0089$ ). Entre los tratamientos, se observó que la alteración del índice de peróxido en los envases con película al vacío fue superior al observado en los recipientes plásticos. Mas, el análisis estadístico de contrastes no indicó diferencias significativas entre los tratamientos ( $p \ge 0,05$ ).

García-Pascual *et al.* (2003) observaron que la atmósfera de almacenamiento (aire o nitrógeno) no tuvo efecto sobre la evolución del índice de peróxido en almendras envasadas en películas plásticas, a temperaturas de 8 y 36°C, durante 4 meses.

Con relación a la extinción específica a 232 nm, los valores variaron entre 0,98 y 1,99 en los recipientes plásticos y entre 0,96 y 2,16 en las nueces almacenadas en película plástica; ambos tratamientos alcanzaron el valor máximo de 3,20 a los 120 días. Estos resultados indican que, después de 120 días de almacenamiento, ocurre una transformación de los compuestos primarios de oxidación en otros compuestos no detectables a 232 nm. El coeficiente de extinción específica medido a 232 nm mostró una variación lineal altamente significativa en los dos tipos de envases (p  $\leq$  0,0001 y R<sup>2</sup> = 0,5672 y R<sup>2</sup> = 0,7110, para las nueces almacenadas en recipientes y película al vacío, respectivamente). El analísis estadístico de contrastes indicó que las diferencias entre los envases no fueron significativas (p  $\geq$  0,05). Resultados similares fueron observados en la medición de la extinción específica a 270 nm, siendo las diferencias entre los envases no significativas.

Los parámetros índice de peróxido y extinción específica a 270 nm mostraron una correlación significativa y positiva ( $p \le 0,0001$  y  $R^2 = 0,7405$  y  $R^2 = 0,9524$ , para las nueces almacenadas en recipientes plásticos y película de nilón-polietileno al vacío, respectivamente). Chun *et al.* (2005) reportaron una correlación positiva (R = 0,9809) entre el índice de peróxido y la extinción específica a 232 nm de maní almacenado por 40 semanas en envases con barrera metalizada de poliéster al vacío y con aire a temperatura de 21°C. Alves *et al.* (2005) observaron una correlación altamente significativa (p < 0,0001) entre el índice de peróxido y la extinción específica a 232 y 270 nm ( $R^2 = 0,82$ ) en aceite de soja almacenado en envases de PET.

#### Cambios en el color

Las alteraciones en el color de las nueces almacenadas por 150 días, en los dos tipos de envase, están relacionados en la Tabla 5.

El análisis de contrastes no reveló diferencias significativas entre los resultados obtenidos

para los parámetros de color L, a y b entre los dos tipos de envases evaluados ( $p \ge 0.05$ ). Algunos parámetros sufrieron alteraciones a lo largo del tiempo. El parámetro L, que corresponde a la luminosidad, mostró valores significativamente decrecientes en los dos envases ( $p \le 0.0068$  y  $R^2 \ge 0.868$ ), con el consecuente oscurecimiento gradual y continuo de la superficie de las nueces durante todo el período.

El parámetro **a**, que representa el color rojo, no presentó diferencias significativas ( $p \ge 0.05$ ). El parámetro **b**, que indica el color amarillo, disminuyó significativamente ( $p \le 0.016$  y  $R^2 \ge 0.8009$ ), al mismo tiempo que el índice de oscurecimiento aumentó significativamente en los dos tipos de envases ( $p \le 0.0348$  y  $R^2 \ge 0.7116$ ). Forbus *et al.* (1980) reportaron la reducción lineal de los parámetros L y b durante el almacenamiento de nueces. Erickson *et al.* (1994) relataron alteraciones en la luminosidad y en la tonalidad amarilla y roja de nueces americanas almacenadas durante 157 días, que resultaron en el oscurecimiento superficial de las mismas.

### Análisis sensorial

Los resultados del análisis sensorial están sumarizados en la Tabla 6. A través del análisis de regresión, se constata una reducción lineal altamente significativa (p < 0,0001) en las notas atribuídas a todas las características sensoriales durante el período de almacenamiento. El análisis de contrastes muestra que las notas de aceptabilidad no presentan diferencias significativas entre los dos tipos de envase (p  $\geq$  0,05 y R<sup>2</sup>  $\geq$  0,7969).

Valores de R<sup>2</sup> superiores a 0,60 en análises sensoriales e instrumentales en función del tiempo son considerados excelentes (De Marchi *et al.*, 2003). Estos resultados indican que la aplicación de vacío no contribuyó para prolongar la vida de anaquel de las nueces.

Considerando que 6,0 fue considerada como la nota límite para una calidad aceptable en las nueces, se puede concluir que estas muestran una calidad adecuada por 4 meses (120 días), ya

que todos los atributos obtuvieron notas inferiores a 6,0 a los 150 días.

El analísis sensorial mostró una alta correlación lineal negativa con el índice de oscurecimiento (IO), siendo  $R^2 = -0.99$  para las nueces almacenadas en recipientes de polipropileno y  $R^2 = -0.6$  para las películas de nilón-polietileno al vacío.

### Calidad microbiológica de las nueces

Durante el período de almacenamiento de las nueces de 150 días, no fue detectada la presencia de *Salmonella* sp. y los recuentos de coliformes a 45°C fueron menores que 3 NMP/g. Estos resultados cumplen con los límites establecidos por la legislación brasileña, que determina la ausencia de *Salmonella* y un máximo de 10<sup>2</sup> NMP/g para coliformes a 45°C (Brasil, 2001). En la Tabla 7, son mostrados los resultados del recuento total de hongos y levaduras. Estos valores son considerados bajos e indican que los envases utilizados fueron eficientes para garantizar la calidad microbiológica de las nueces.

Con base en los resultados obtenidos, se puede concluir que las nueces Pecán son una excelente fuente de energía, además de proveer altos contenidos de proteínas, minerales y fibras. La vida de anaquel de este producto fue determinada como siendo 120 días y fue independiente del envase utilizado en este estudio.

# **AGRADECIMIENTOS**

Los autores agradecen a CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior), a Divinut Indústria de Nozes Ltda. y a los componentes del panel sensorial por su valiosa contribución.

# REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Alves MAO, Arruda CSA, Ogliari PJ, Meinert EM, Teixeira E, Barrera-Arellano D, Block JM. 2005. Efecto de la adición del absorbedor UV (Tinuvin 234) sobre la calidad del aceite de soja en envases de polietileno tereftalato (PET). *Grasas y Aceites* **53** (4) 245 – 253.

AOAC – Association of Official Analytical Chemists. 2005. Official methods of analysis of the AOAC. 18th Ed. AOAC, Arlington, VA.

AOCS. 2003. Official Methods and Recommended Practices of the American Oil Chemists Society, 15th Ed., AOCS Press, Champaign (II).

APHA - American Public Health Association. 2001. Compendium of Methods for the Microbiological Examination of Foods, 4th Ed., APHA. Washington, D.C.

American Public Health Association – Compendium of Methods for the Microbiological Examination of Foods. 4<sup>a</sup> Ed. Washington DC, APHA, 2001

Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. 2007. <a href="www.agricultura.gov.br">www.agricultura.gov.br</a>, 12/01/2007.

Brasil - Agência Nacional de Vigilância Sanitária – Ministério da Saúde. 2001. Resolução RDC nº 12, de 02 de janeiro de 2001. Regulamento técnico sobre padrões microbiológicos para alimentos. Diário Oficial da União, Brasília.

Buera MP, Lozano RD, Petriella, C. 1985. Definition of colour in the nonenzymatic browning process. *Die Farbe* **32/33**, 316-326.

Chun J, Lee J, Eitenmiller RR. 2005. Vitamine E and stability during storage of raw and dry roasted peanuts packaged under air and vacuum. *Journal of Food Science* **70** (4) 292 – 297.

Chun J, Lee J, Eitenmiller R. 2002. Effects of variety and crop year on tocopherols in pecan. *Journal of Food Science* **67**, 1356-1359. Crews C, Hough P, Godward P, Brereton P, Lees M, Guiet S, Winkelmann, W. 2005. Study of the main constituents of some authentic walnut oils. *Journal of Agricultural and Food Chenistry* **53**, 4853 – 4860.

De Marchi R, Monteiro M, Cardello HMB. 2003. Avaliação da vida-de-prateleira de um isotônico natural de maracujá (*Passiflora edulis* Sims. f. flavicarpa Deg.). *Brazilian Journal of Food Technology* **6** (2) 292 – 300.

Erickson MC, Santerre CR, Malingre ME. 1994. Oxidative stability in raw and roasted pecans: chemical, physical and sensory measurements. *Journal of Food Science* **59** (6) 1234 – 1239.

Firestone, D. 1999. Physical and Chemical Characteristics of Oils, Fats and Waxes. AOCS Press, Washington, DC.

Forbus Jr WR, Sente, SD, Lyon BG, Dupuy HP. 1980. Correlation of objective and subjective measurements of pecan kernel quality. *Journal of Food Science* **45**, 1376 – 1379.

Gamli ÖF, Hayoglu I. 2007. The effect of the different packaging and storage conditions on the quality of pistachio nut paste. *Journal of Food Engineering* **78** (2), 443 – 448.

García-Pascual P, Mateos M, Carbonell V, Salazar DM. 2003. Influence of storage conditions on the quality of shelled and roasted almonds. *Biosystens Engineering* **84** (2) 201 – 209.

Kolakowska A. 2003. Lipid Oxidation in Food Systems en Sikorski ZE, Kołakowska A. (Eds) *Chemical and Functional Properties of Food Lipids*. **133-165.** CRC Press, London, UK.

Kornsteiner M, Wagner KH, Elmadfa I. 2006. Tocopherols and total phenolics in 10 different nut tipes. *Food Chenistry* **98**, 381 – 387.

Maskan M, Karatas S. 1999. Storage stability of whole-split pistachio nuts (*Pistachia vera* L.) at various conditions. *Food Chemistry*, **66**, 227 – 233.

Meilgaard M, Civille GV, Carr BT. 1999. Affective Tests: Consumer Test and In-House Panel Acceptance Tests en *Sensory Evaluation Techniques*, 3rd Ed., 231-263. CRC Press, London.

Munoz AM, Civille VG, Carr BT. 1992. Sensory evaluation in quality control, Van Mostrand, Reinhold USA.

Ortiz ERN. 2000. *Propriedades nutritivas e nutracêuticas das nozes*. (Monografia) – Especialização em Tecnologia de Alimentos, Universidade de Santa Cruz do Sul, RG, Brasil. 49 p.

Shahidi F. Miraliakbari H. 2005. Tree Nut Oils en Shahidi F. (Ed). *Bailey's Industrial Oil and Fat Products* **3**, 6th Ed. John Wiley & Sons, Inc. Hoboken, NJ.

Singanusong R, Mason RL, D'arcy BRD. 2003. Compositional changes of Australia-grown western schley pecans [*Carya illinoinensis* (Wangenh.) K. Koch] during maturation. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* **51**, 406 – 412.

United States Department of Agriculture – USDA. National Nutrient Database for Standard Reference, Release 19 (2006), <a href="https://www.nal.usda.gov/fnic/foodcomp/search">www.nal.usda.gov/fnic/foodcomp/search</a>, 21/04/2007.

Valenzuela AB, Nieto SK. 2001. Los antioxidantes: protectores de la calidad en la industria alimentaria. Libro 10° Aniversario. Recopilación de Artículos Técnicos de 1990 – 2000. ASAGA-Asociación Argentina de Grasas y Aceites. 1-41, 85 – 94.

Venkatachalam, M. 2004. Chemical composition of select pecan *[Carya illinoinensis* (Wangenh.) K. Koch] varieties and antigenic stability of pecan proteins. (Dissertation) - College of Human Sciences, The Florida State University.

Villarreal-Lozoya JE, Lombardini L, Zevallos LC. 2007. Phytochemical constituents and antioxidant capacity of different pecan [*Carya illinoinensis* (Wangenh.) K. Koch] cultivars. *Food Chemistry* **102** (4) 1241 – 1249.

Wakeling LT, Mason RL, D'arcy BR, Caffin NA. 2001. Composition of pecan cultivars Wichita and Western Schley [Carya illinoinensis (Wangenh.) C. Koch] grown in Australia. Journal of Agricultural and Food Science, 49, 1277 – 1281.

Tabla 1. Composición nutricional (g/100g) de nueces Pecán [Carya illinoinensis (Wangenh.) C. Koch]

Componente (g/100g) <sup>1</sup>	Nueces
Proteínas <sup>2</sup>	$9.9 \pm 0.1$
Humedad	$3.7 \pm 0.3$
Lípidos Totales	$69.4 \pm 0.1$
Minerales	$1.4 \pm 0.2$
Fibra total	$7.8 \pm 0.45$
Fibra soluble	$0.5 \pm 0.3$
Fibra insoluble	$7.3 \pm 0.5$
Carbohidratos <sup>3</sup>	7.8
Valor calórico <sup>4</sup> (kcal/100g)	726.7

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Media de tres repeticiones; <sup>2</sup>N x 6,25; <sup>3</sup>Calculado por diferencia: 100 – (% lípidos totales + % proteínas + % humedad + % minerales + % fibra total). <sup>4</sup>Calculado por la suma de los porcentages de proteínas y carbohidratos multiplicados por el factor 4 (kcal/g) más el contenido de lípidos totales multiplicado por 9 (kcal/g).

Tabla 2. Composición e ácidos grasos del aceite de nuez Pecán [Carya illinoinensis (Wangenh.)C. Koch]

Ácido graso	(%)
C 16:0 Palmítico	5,65
C 18:0 Esteárico	2,84
C 18:1 Oléico	62,55
C 18:2 Linoléico	27,49
C 18:3 Linolénico	1,23
C 20:1 Gadoléico	0,24

Tabla 3. Evolución de los parámetros de calidad, Índice de acidez y humedad y compuestos volátiles en el aceite extraído de nueces almacenadas en recipientes plásticos de polipropileno y en película de nilón-polietileno al vacío.

Tiempo (dias)	Humedad <sup>1</sup> (%)		IA <sup>2</sup> (mg KOI	H/g de aceite)
	Recipientes	Película	Recipientes	Película
0	$0.04 \pm 0.01$	$0.08 \pm 0.01$	$0.17 \pm 0.01$	$0.19 \pm 0.01$
30	$0.07\pm0.01$	$0.07 \pm 0.01$	$0.22 \pm 0.01$	$0.31 \pm 0.01$
45	$0.07\pm0.02$	$0.07\pm0.01$	$0.21 \pm 0.01$	$0.21 \pm 0.01$
60	$0.04\pm0.01$	$0.05 \pm 0.01$	$0.24 \pm 0.01$	$0.23 \pm 0.01$
75	$0.07\pm0.02$	$0.06 \pm 0.01$	$0.25 \pm 0.01$	$0.33 \pm 0.01$
90	$0.07 \pm 0.01$	$0.07 \pm 0.01$	$0.34 \pm 0.01$	$0.32 \pm 0.01$
105	$0.07 \pm 0.01$	$0.06 \pm 0.01$	$0.35 \pm 0.01$	$0.36 \pm 0.01$
120	$0.07 \pm 0.01$	$0.06 \pm 0.01$	$0.35 \pm 0.01$	$0.44 \pm 0.02$
135	$0.06 \pm 0.01$	$0.05 \pm 0.03$	$0.33 \pm 0.01$	$0.42 \pm 0.01$
150	$0.07 \pm 0.01$	$0.06 \pm 0.01$	$0.37 \pm 0.00$	$0.57 \pm 0.01$

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Humedad y compuestos volátiles, media de tres repeticiones. <sup>2</sup>Índice de acidez, media de dos repeticiones

Tabla 4. Evolución de los parámetros de calidad, índice de peróxido y extinción específica a 232 nm y 270 nm en el aceite extraído de nueces almacenadas en recipientes plásticos de polipropileno y en película de nilón-polietileno al vacío.

Tiempo (dias)	IP¹ (meq O <sub>2</sub> /l	kg de aceite)	$EE^2$ 2.	$EE^2 232 nm   EE^2 270 nm$		
	Recipientes	Película	Recipientes	Película	Recipientes	Película
0	$1.0 \pm 0.1$	$1.1 \pm 0,1$	$0.98 \pm 0.01$	$0,96 \pm 0,06$	$0.11 \pm 0.00$	$0,04 \pm 0,03$
30	$1.2 \pm 0.1$	$1.9 \pm 0,1$	$1,08 \pm 0,02$	$1,20 \pm 0,08$	$0,10\pm0,00$	$0,13 \pm 0,00$
45	$2.1\pm0,1$	$2.1 \pm 0,1$	$1,28 \pm 0,04$	$1,19 \pm 0,09$	$0,27 \pm 0,01$	$0,19\pm0,02$
60	$2.1 \pm 0.2$	$2.3 \pm 0,1$	$1,59 \pm 0,09$	$1,37 \pm 0,00$	$0,34 \pm 0,01$	$0,17 \pm 0,02$
75	$2.8 \pm 0,1$	$3.5 \pm 0,1$	$1,53 \pm 0,22$	$1,\!49 \pm 0,\!02$	$0,25 \pm 0,03$	$0,\!24\pm0,\!05$
90	$3.5 \pm 0.1$	$3.5 \pm 0,1$	$1{,}74\pm0{,}28$	$1,91\pm0,07$	$0,14 \pm 0,01$	$0.31 \pm 0.03$
105	$3.8 \pm 0.1$	$4.6 \pm 0.2$	$1,41 \pm 0,06$	$2,07 \pm 0,08$	$0,14 \pm 0,02$	$0,32\pm0,02$
120	$4.3 \pm 0,1$	$5.9 \pm 0,1$	$3,20 \pm 0,05$	$3,20 \pm 0,03$	$0,32\pm0,00$	$0,\!27\pm0,\!07$
135	$3.1 \pm 0.2$	$4.8 \pm 0,4$	$2,49 \pm 0,05$	$2,\!42\pm0,\!04$	$0.18 \pm 0.00$	$0.04 \pm 0.01$
150	$2.7 \pm 0.1$	$4.7 \pm 0.1$	$1,99 \pm 0,01$	$2,16 \pm 0,06$	$0.33 \pm 0.02$	$0,15 \pm 0,05$

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup>Índice de peróxido, media de dos repeticiones. <sup>2</sup>Extinción específica, media de tres repeticiones.

Tabla 5. Evaluación instrumental de las alteraciones en el color de nueces almacenadas en recipientes plásticos de polipropileno y en película de nilón-polietileno al vacío.

0 $38,0 \pm 2,6$ $36,1 \pm 4,2$ $11,67 \pm 1,5$ $9,2 \pm 0,8$ $17,5 \pm 1,1$ $15,9 \pm 1,7$ $81$ 30 $34,4 \pm 3,1$ $31,3 \pm 2,0$ $13,07 \pm 0,9$ $11,9 \pm 1,4$ $15,2 \pm 1,1$ $14,1 \pm 1,1$ $83$ 60 $34,1 \pm 2,7$ $32,3 \pm 1,1$ $13,47 \pm 1,2$ $13,5 \pm 1,1$ $15,8 \pm 1,3$ $14,5 \pm 0,8$ $87$ 90 $29,1 \pm 2,0$ $31,7 \pm 2,1$ $12,79 \pm 0,8$ $13,3 \pm 2,0$ $13,1 \pm 1,3$ $14,0 \pm 1,5$ $87$	Tiempo	L		а		i	b	IO <sup>1</sup>	
0 $38,0 \pm 2,6$ $36,1 \pm 4,2$ $11,67 \pm 1,5$ $9,2 \pm 0,8$ $17,5 \pm 1,1$ $15,9 \pm 1,7$ $81$ 30 $34,4 \pm 3,1$ $31,3 \pm 2,0$ $13,07 \pm 0,9$ $11,9 \pm 1,4$ $15,2 \pm 1,1$ $14,1 \pm 1,1$ $83$ 60 $34,1 \pm 2,7$ $32,3 \pm 1,1$ $13,47 \pm 1,2$ $13,5 \pm 1,1$ $15,8 \pm 1,3$ $14,5 \pm 0,8$ $87$ 90 $29,1 \pm 2,0$ $31,7 \pm 2,1$ $12,79 \pm 0,8$ $13,3 \pm 2,0$ $13,1 \pm 1,3$ $14,0 \pm 1,5$ $87$	(días)								
30  34,4 ± 3,1  31,3 ± 2,0  13,07 ± 0,9  11,9 ± 1,4  15,2 ± 1,1  14,1 ± 1,1  83 60  34,1 ± 2,7  32,3 ± 1,1  13,47 ± 1,2  13,5 ± 1,1  15,8 ± 1,3  14,5 ± 0,8  87 90  29,1 ± 2,0  31,7 ± 2,1  12,79 ± 0,8  13,3 ± 2,0  13,1 ± 1,3  14,0 ± 1,5  87		R	P	R	Р	R	Р	R	Р
60 $34,1 \pm 2,7$ $32,3 \pm 1,1$ $13,47 \pm 1,2$ $13,5 \pm 1,1$ $15,8 \pm 1,3$ $14,5 \pm 0,8$ 87 90 $29,1 \pm 2,0$ $31,7 \pm 2,1$ $12,79 \pm 0,8$ $13,3 \pm 2,0$ $13,1 \pm 1,3$ $14,0 \pm 1,5$ 87	0	$38,0 \pm 2,6$	$36,1 \pm 4,2$	$11,67 \pm 1,5$	$9,2 \pm 0,8$	$17,5 \pm 1,1$	$15,9 \pm 1,7$	81,4	75,0
90 $29,1 \pm 2,0$ $31,7 \pm 2,1$ $12,79 \pm 0,8$ $13,3 \pm 2,0$ $13,1 \pm 1,3$ $14,0 \pm 1,5$ 87	30	$34,4 \pm 3,1$	$31,3 \pm 2,0$	$13,07 \pm 0,9$	$11,9 \pm 1,4$	$15,2 \pm 1,1$	$14,1 \pm 1,1$	83,1	84,8
	60	$34,1 \pm 2,7$	$32,3 \pm 1,1$	$13,47 \pm 1,2$	$13,5 \pm 1,1$	$15,8 \pm 1,3$	$14,5\pm0,8$	87,2	87,5
120 $31,1 \pm 2,3$ $27,4 \pm 2,7$ $15,01 \pm 1,3$ $14,2 \pm 1,7$ $13,8 \pm 1,2$ $11,5 \pm 1,8$ 90	90	$29,1 \pm 2,0$	$31,7 \pm 2,1$	$12,79 \pm 0,8$	$13,3 \pm 2,0$	$13,1 \pm 1,3$	$14,0 \pm 1,5$	87,2	86,6
	120	$31,1 \pm 2,3$	$27,4\pm2,7$	$15,01 \pm 1,3$	$14,2 \pm 1,7$	$13,8 \pm 1,2$	$11,5 \pm 1,8$	90,1	89,0
150 $25.2 \pm 1.5$ $25.6 \pm 2.4$ $12.90 \pm 1.3$ $14.0 \pm 1.8$ $9.8 \pm 1.4$ $10.3 \pm 1.2$ 97	150	$25,2 \pm 1,5$	$25,6 \pm 2,4$	$12,90 \pm 1,3$	$14,0 \pm 1,8$	$9.8 \pm 1.4$	$10,3 \pm 1,2$	97,1	87,2

R = Recipientes. P = Película. Los resultados representan los valores medios de 6 repeticiones. <sup>1</sup>Índice de Oscurecimento.

Tabla 6. Medias de aceptación de nueces almacenadas en recipientes plásticos de polipropileno y en película de nilón-polietileno al vacío.

Tiempo	A	$G^2$	Со	lor	Apari	iencia	0	lor	Sa	bor	Tex	tura
(días)	R	P	R	P	R	P	R	P	R	P	R	P
0	8,00	8,15	8,03	8,09	7,91	8,09	7,83	8,07	7,74	8,35	7,83	7,97
30	7,69	7,51	8,06	7,63	7,87	7,72	7,90	7,87	7,91	7,78	8,03	7,90
60	7,13	7,87	7,20	7,83	7,43	7,77	7,53	7,61	7,03	7,74	7,53	7,88
90	7,16	6,87	6,71	6,47	7,10	6,67	6,88	6,93	6,81	6,63	7,03	6,37
120	5,93	6,27	6,39	6,54	6,03	6,04	6,03	6,27	5,64	6,50	6,39	6,61
150	5,00	5,74	4,86	5,61	5,03	5,74	5,41	5,96	4,59	5,30	4,31	5,13

R = Recipientes. P = Película. n = 30. AG = aceptabilidad global

Tabla 7. Recuento total de hongos y levaduras en nueces almacenadas en recipientes plásticos de polipropileno y en película de nilón-polietileno al vacío.

Tiempo (días)	Hongos y levaduras (UFC/g)				
	Recipientes	Película			
0	$1.0 \times 10^2$	$1.2 \times 10^2$			
30	$1.0 \times 10^2$	$3.0 \times 10^2$			
60	$1.0 \times 10^2$	$1.0 \times 10^2$			
90	$1.0 \times 10^2$	$1.0 \times 10^2$			
120	$1.5 \times 10^2$	$1.0 \times 10^2$			
150	$1.5 \times 10^2$	$1.0 \times 10^2$			