



MARCELLE FLORES FERNANDES DE CARVALHO

**PERFORMANCE DE XILOOLIGOSSACARÍDEO COMO
AGENTE CRIOPROTETOR EM
CARNE SUÍNA POR IMPREGNAÇÃO A VÁCUO**

LAVRAS - MG

2022

MARCELLE FLORES FERNANDES DE CARVALHO

**PERFORMANCE DE XILOOLIGOSSACARÍDEO COMO AGENTE
CRIOPROTETOR EM CARNE SUÍNA POR IMPREGNAÇÃO A VÁCUO**

Monografia apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Curso de Engenharia Química, para a obtenção do título de Bacharel.

Dr. Jaime Vilela de Resende
Orientador

Ma. Ana Cristina Freitas de Oliveira Meira
Coorientadora

**LAVRAS - MG
2022**

MARCELLE FLORES FERNANDES DE CARVALHO

**PERFORMANCE DE XILOOLIGOSSACARÍDEO COMO AGENTE
CRIOPROTETOR EM CARNE SUÍNA POR IMPREGNAÇÃO A VÁCUO**

**PERFORMANCE OF XYLOOLIGOSACCHARIDE AS A CRYOPROTECTIVE
AGENT IN PORK MEAT BY VACUUM IMPREGNATION**

Monografia apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Curso de Engenharia Química, para a obtenção do título de Bacharel.

Aprovada em 28 de abril de 2022

Dr. Jaime Vilela de Resende UFLA

Ma. Ana Cristina Freitas de Oliveira Meira UFLA

Dr. Sérgio Henrique Silva IFNMG

Dra. Isabelle Cristina Oliveira Neves IFMG

Dra. Renata de Aquino B. Lima Corrêa UFLA

Dr. Jaime Vilela de Resende
Orientador

**LAVRAS - MG
2022**

AGRADECIMENTOS

Agradeço imensamente a Deus, por me conceder a oportunidade de cursar Engenharia Química na Universidade Federal de Lavras. Sem Ele não seria possível chegar até aqui, obrigada por trazer as pessoas certas, me colocar nos lugares certos, e por me fortalecer e me mostrar o caminho quando eu não enxergava.

Sou verdadeiramente grata a minha família, que são grandes apoiadores dos meus sonhos e tornou este momento realidade. Agradeço aos meus pais, Fabíola e Marcelo, por vibrarem comigo em cada pequena conquista, por serem grandes exemplos de força e sabedoria, onde pude me espelhar e encontrar o real motivo dos meus esforços. Agradeço profundamente ao meu irmão, Pedro, e aos meus primos, Laura e Daniel, por me presentear com momentos incríveis durante esta caminhada e me impulsionarem a chegar até o fim. Também sou imensamente grata aos meus avós, Lázara e Luiz, Anna e Gilson. Meu coração se preenche de amor ao pensar em vocês, espero um dia poder retribuir tudo que fizeram e ainda assim não seria suficiente. Gratidão os meus tios, que sempre estiveram do meu lado torcendo por este momento.

Agradeço aos amigos que Deus me presenteou durante esta jornada, são irmãos que fizeram eu conseguir chegar até o fim, e marcaram essa trajetória da forma mais feliz e única. Agradeço em especial ao Johnathan, ao Caio, a Isabela, Letícia, a Ana Luiza e ao André.

Agradeço de todo coração ao Lucas, por escolher estar ao meu lado durante este momento, me apoiar, me dizer que eu conseguiria chegar até aqui, e conseguir sempre me fazer sorrir.

Agradeço imensamente ao meu orientador, Prof. Jaime, por me conceder a oportunidade de trabalhar no laboratório de refrigeração, por toda confiança colocada em mim. Agradeço de todo coração a Ana, doutoranda, por fazer grande parte das minhas conquistas terem sido realizadas, me ensinado tudo que sei durante a iniciação científica, que carregou comigo onde eu estiver. Além de excelente coorientadora, uma grande amiga.

Agradeço aos professores do corpo docente de Engenharia Química, pelo brilhante ensino que nos foi oferecido. À Universidade Federal de Lavras que foi uma segunda casa e aos programas de extensão que permitiram aprofundar meus conhecimentos, muito obrigada!

RESUMO

O Brasil é o quarto produtor mundial de carne suína, estando atrás apenas da China, União Europeia e dos Estados Unidos. Embora a maior parte da produção seja destinada à exportação, o mercado interno tem crescido. Visto isso, as indústrias buscam novas formas em que o produto final consiga manter suas propriedades de textura, cor, sabor e suculência. Um dos métodos mais utilizados na cadeia produtiva de carnes para conservação é o resfriamento e o congelamento, esta técnica reduz o crescimento de microrganismos patogênicos e a atividade enzimática do alimento. O congelamento, apesar de proporcionar maior vida de prateleira e ser eficiente na conservação de alimentos, pode gerar impactos negativos a qualidade sensorial do produto. Esses fatores estão intimamente ligados à formação de cristais de gelo, que são formados a partir do congelamento da água presente nos tecidos. Os danos celulares no alimento são intensificados devido a flutuação de temperatura durante a estocagem do alimento congelado, pois este fenômeno permite ocorrer a recristalização do gelo gerando grandes cristais. Objetivando minimizar os impactos negativos causados pelo congelamento, agentes de crioproteção podem ser aplicados nos alimentos. Neste contexto, o trabalho objetivou impregnar xilooligossacarídeos em carne suína por vácuo e avaliar seu potencial crioprotetor. Foram avaliados alguns indicadores como a atividade de inibição de recristalização, análise de carboidratos e sólidos solúveis das soluções impregnantes, parâmetros de viscosidade, textura e cor antes e após impregnação. A flutuação de temperatura consistiu em ciclos de 2 e 4 horas, variando entre -18 °C e 4 °C. Notou-se que maiores concentrações de XOS favoreceram a existência de cristais de gelo com menores dimensões. As soluções apresentaram perfil de um fluido Newtoniano, com redução da viscosidade após processo de impregnação. Notou-se que a solução com 4,5% de XOS exibiu uma maior variação da concentração de XOS ($5,596 \pm 0,286 \mu\text{g/mL}$), ou seja, esta condição proporcionou uma maior impregnação desse crioprotetor, visto obter maior diferença entre solução final e inicial.

Palavras-chave: Tecido animal. Criopreservação. Congelamento. Carboidrato.

ABSTRACT

Brazil is the fourth largest producer of pork in the world, after China, the European Union and the United States. Although most of the production is destined for export, the domestic market has it on its own. Since the product, as a product, seeks new ways in which the final taste, maintain its properties. One of the most used methods in the production chain of cooling and freezing, is technical reduces the growth of pathogenic microorganisms and the enzymatic of the food. Freezing, despite providing a longer shelf life and efficient food, can impact the sensory quality of the product. These factors are closely linked to the formation of ice crystals, which are formed from the freezing of water present in tissues. Cellular damage in food is intensified due to the fluctuation of food temperature, as this phenomenon allows ice recrystallization to occur, generating large crystals. Objective freezing protected impacts, cryoprotection agents can be applied to us. In this work, the objective was to impregnate xyoligosaccharides in pork meat by means of and to evaluate their critical potential. There were some activity optimization indicators, precision adjustments and adjustments, analysis parameters before solution adjustments, textures and impregnation adjustments, perfect for the analysis of impregnation solutions and after impregnation. The temperature fluctuation consists of cycles of 2 and 4 hours, ranging between -18 °C and 4 °C. It was noted that larger XOS favored the existence of ice crystals with smaller dimensions. The solutions presented, with the reduction of the profile of a Newtonian fluid after the impregnation process. Note that the one with 4.5% OS exhibited a greater solution of X5,596,596± 0,596 0,596 µg/m²), that is, this condition proved a greater impregnation of this difference between the final and final and initial solution.

Keywords: Animal tissue. cryopreservation. Freezing. Carbohydrate.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Imagens de microscopia de luz polarizada.....	24
Figura 2 – Curva de fluxo das soluções impregnantes.....	26
Figura 3 – Parâmetros colorimétricos das amostras de cubos suínos	30
Figura 4 – Cubos suínos após descongelamento (a) e cozimento (b).....	31

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Delineamento experimental.....	22
Tabela 2 – Tamanho médio dos cristais de gelo antes e após o ciclo de recristalização.....	23
Tabela 3 – Parâmetros reológicos das soluções impregnantes.....	25
Tabela 4 – Variação da concentração de XOS e °Brix.....	26
Tabela 5 – Caracterização dos cubos suínos após impregnação congelamento/descongelamento.....	29

LISTA DE SIGLAS

ABPA – Associação Brasileira de Proteína Animal

ABIPECS - Associação Brasileira da Indústria Produtora e Exportadora de Carne

XOS – Xilooligossacarídeos

CEAP – Centro de Assessoria e Pesquisa de Mercado

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	11
2. REFERENCIAL TEÓRICO.....	13
2.1 Carne Suína	13
2.2 Congelamento	14
2.2.1 Efeito do Congelamento em tecido animal.....	15
2.3 Crioprotetores.....	16
2.4.1 Xilooligossacarídeo.....	17
2.4 Impregnação a vácuo.....	18
3. MATERIAL E MÉTODOS.....	19
3.1 Materiais.....	19
3.2 Índice de Recristalização	19
3.3 Impregnação a vácuo de cubos suínos	19
3.4 Carboidratos e brix da solução impregnante.....	20
3.5 Viscosidade das soluções impregnantes.....	20
3.6 Flutuação da temperatura.....	20
3.7 Análises Físico-Químicas.....	21
3.7.1 Perda de água após descongelamento e cozimento.....	21
3.7.2 Textura.....	21
3.7.3 Análise de cor.....	22
3.8 Análise Estatística.....	22
4. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	23
4.1 Caracterização das soluções impregnantes.....	23
4.2 Caracterização dos tratamentos submetidos a flutuação de temperatura.....	27
5. CONCLUSÃO.....	33
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	34

1. INTRODUÇÃO

A carne suína é um alimento amplamente consumido no mundo, sendo seu consumo superior ao de aves e bovinos. O Brasil é o quarto maior produtor mundial de suínos, sendo 77 % de sua demanda para o mercado interno versus 23 % para exportações. Uma pesquisa realizada pela CEAP demonstrou que a maioria da população brasileira já reconhece a carne suína como uma proteína saudável. Isso está atrelado ao rigoroso controle sanitário empregado atualmente (ABPA, 2021).

Tendo em vista que os produtos suínos têm apresentado uma alta demandas ao longo dos anos, as indústrias do mercado produtor têm investido cada vez mais em novas tecnologias para agregar valor ao produto final (CASSENS, 2002). Dentre os desafios encontrados na cadeia produtiva se destaca a conservação dos parâmetros de qualidade da carne após abate, são eles a maciez, suculência, cor e aroma (PELOSO, 2006).

Um dos métodos mais utilizados para conservação de produtos cárneos é o congelamento, que está intimamente ligado à manutenção da qualidade do produto final. Segundo Bridi et al. (2003), o armazenamento de alimentos em baixas temperaturas é eficiente em reduzir a taxa de desenvolvimento de microrganismos patogênicos e diminuir atividades enzimáticas, prolongando a vida de prateleira.

O congelamento proporciona uma ótima conservação da carne, porém estudos demonstram que a formação de cristais de gelo durante a aplicação deste método pode acarretar impactos negativos nos aspectos de qualidade da carne, podendo ocorrer perda de textura, alterações de cor e sabor e maior perda de água por cozimento e descongelamento (SEBRANEK, 1982).

O congelamento doméstico utilizado para conservar os produtos cárneos é denominado lento. O uso desta técnica facilita a formação de grandes cristais de gelo de modo que há danos às células do tecido. O rompimento da membrana celular causa desnaturação de proteínas, distorções das estruturas internas (JAMES; BROWN, 1992) e favorecimento da oxidação lipídica, graças ao maior contato entre o oxigênio e as enzimas e substratos (ALI et al., 2015). Além disso, alterações na temperatura durante a estocagem favorecem a ocorrência destes danos celulares, visto que após aumentar a temperatura do produto, pequenos cristais de gelo derretem e quando a temperatura é novamente reduzida, esta água se une aos cristais que permaneceram, aumentando seu tamanho e causando maior agressão aos tecidos. Esse fenômeno é denominado recristalização

(HUNG; ERICKSON, 1997). Neste sentido, a aplicação de novas tecnologias que amenizem os impactos negativos do congelamento no produto final se faz necessária.

O emprego de compostos crioprotetores é uma alternativa interessante para proteção de tecidos. Crioprotetores como os dissacarídeos conseguem agir na formação dos cristais de gelo, pois atuam interagindo com a água livre, e evitam o crescimento elevado de cristais em dados locais do tecido. Há também proteínas que possuem habilidades crioprotetoras, elas atuam diminuindo o ponto de congelamento da água, impedindo o crescimento de cristais e o fenômeno de recristalização (FULLER, 2004). Estudos recentes têm demonstrado que o xilooligosacarídeos (XOS) é um composto com boas características crioprotetoras (ZHANG et al, 2020).

O XOS é um polissacarídeo composto por monossacarídeos de xilose, comumente encontrados em materiais lignocelulósicos (GULLÓN et al., 2011). Para obter os XOS, são aplicados métodos químicos e hidrólise enzimática direta em substrato (AACHARY e PRAPULLA, 2011). Pesquisas demonstraram que este carboidrato atua retardando a recristalização, pois conseguem se ligar às proteínas musculares e capturar moléculas de água através de ligações de hidrogênio, reduzindo a desnaturação miofibrilar e o rompimento das estruturas devido aos cristais de gelo (ZHANG et al, 2020). Além disso, o XOS ainda atua como composto funcional, visto que são prebióticos que não são degradados ao longo do trato gastrointestinal, e estimulam o crescimento de bactérias benéficas como as bifidobacterias (OKAZAKI, FUJIKAWA, MATSUMOTO, 1990).

Um corte suíno com pouca gordura, como o lombo fresco, apresenta alto teor de umidade e proteínas. Esta composição rica nutricionalmente faz com que este alimento apresente uma alta perecibilidade, sendo indispensável o congelamento para sua preservação prolongada. Visando reduzir os danos mecânicos ocasionados pelo congelamento, pré-tratamentos são recomendados. Neste contexto, o objetivo do trabalho foi analisar o efeito da impregnação de XOS a vácuo na cor, textura e perda de fluidos de cubos suínos. Foram avaliadas diferentes concentrações de XOS, bem como a submissão das amostras a diferentes ciclos térmicos.

2. REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Carne Suína

A carne suína é muito consumida em todo o mundo, seu consumo (42,2 %) supera o consumo de carne de aves (30,8 %) e carne bovina (27 %) (ABIPECS, 2013). Neste cenário, o Brasil ocupa a quarta posição mundial de produção de carne suína, estando atrás da China, União Europeia e os Estados Unidos (ABPA, 2021).

Essa grande demanda mundial de suínos tem impulsionado os meios de produção a buscarem novas tecnologias e aperfeiçoamento, a fim de se obter qualidade nutricional, padrões de segurança e aderência do consumidor final (USDA, 2019; RAIMUNDO e BATALHA, 2015). A evolução genética dos últimos anos trouxe uma redução de 30% da gordura da carne, diminuindo 10% do colesterol e 14% das calorias, aumentando dessa forma a massa magra e o sabor do produto (ABIPECS, 2013).

No Brasil, os estados que mais apontam lucros e investem na produção suína são o Paraná, Santa Catarina e o Rio Grande do Sul e juntos esses estados são responsáveis por 10% do volume de produtos exportados do país (MAPA, 2011). Dentre os produtos disponíveis para os consumidores finais, além da carne fresca, o mercado oferece diferentes opções, entre elas o presunto, apresuntados, cortes da carne embalados, salsichas e linguiças, entre outros (BIANCA, 2005).

A carne suína magra apresenta aproximadamente 75 % de água, 22 % de proteínas, 2 % de gordura, 1% de minerais e 1% de carboidratos. Após o processo de cozimento, é natural uma perda de água durante o processo, de forma que aumente o teor dos outros componentes, como a gordura e proteínas. A água está intimamente ligada à qualidade da carne, afetando sua suculência, textura, cor e sabor. A carne suína ainda é grande fonte de vitamina B1, enquanto outras carnes apresentam essa vitamina em menores teores (ROÇA, 2006).

Um dos processos cruciais para garantir a qualidade da carne suína é o resfriamento após abate até o produto final. Peloso (2006) cita que através do controle da temperatura nas câmaras de resfriamento, é possível regular parâmetros físico-químicos e biológicos da carne. Um dos aspectos mais importantes segundo Carlin et al. (2006) é a velocidade no processo de resfriamento, pois o tempo necessário para abaixar a temperatura dos músculos influencia diretamente em propriedades como maciez, cor, retenção de água, pH, bem como na contaminação microbiana e perda de peso. Além do

resfriamento o congelamento é a técnica de preservação mais empregada para prolongar a vida útil de carnes suínas.

2.2 Congelamento

O congelamento propicia o prolongamento da conservação dos alimentos, devido a diminuição ou paralisação da deterioração causada por microrganismos, atividade metabólica e agentes químicos. Além disso, o congelamento se demonstra um dos melhores métodos para conservar a cor, o sabor, o aroma e a aparência visual dos alimentos (BEM, 1999).

Já é certificado que sob condições usuais de congelamento a -18°C , a atividade microbiana é quase impedida em sua totalidade, visto que boa parte dos microrganismos não sobrevivem em temperaturas abaixo de -10°C (FREITAS; IGUEIREDO, 2000). Também se sabe que após certo tempo de congelamento, mudanças na qualidade sensorial de produtos alimentícios são comuns, elas ocorrem de forma lenta e progressiva. Um dos motivos é a perda nutricional devido a saída dos nutrientes junto à perda de água quando se descongela o alimento (RAHMAN; RUIZ, 2007).

No congelamento, os alimentos são submetidos a baixas temperaturas, de modo que essa exposição seja a mais breve possível, fazendo com que o alimento congelado chegue em temperaturas iguais ou inferiores a -18°C . Isso faz com que ocorra a cristalização de certa quantidade de água presente no alimento, ou seja, a água líquida se transforma em cristais de gelo, o que gera uma maior concentração dos compostos não aquosos em uma quantidade menor de água que não foi congelada (ROBERTSON, 1992).

Dentre as desvantagens do congelamento, podem ser citadas as alterações de textura, cor e sabor do alimento. É possível notar modificações físicas como a desidratação, que impacta na textura do alimento, alterações físico-químicas, devido a concentração de solutos em partes líquidas, acarretando à desnaturação de proteínas, e modificações químicas que envolvem reações enzimáticas, e propagam oxidações e hidrólises que impactam na cor e sabor do alimento (INSTITUTO INTERNACIONAL DEL FRÍO, 1990).

Quando o congelamento ocorre de forma lenta, primeiramente ocorre a formação dos cristais de gelo na parte extracelular. A água presente no interior das células migra para o exterior, acarretando murchamento das células e crescimento dos cristais já formados. Esses grandes cristais de gelo causam deformação e rompimento da parede celular das células adjacentes, além da desidratação desses tecidos de forma ainda mais

severa. Já no congelamento rápido esta migração é retardada de modo que são formados pequenos cristais nos meios extracelular e intercelular (FELLOWS, 2007).

Na cadeia do frio ainda é observado que flutuações na temperatura durante a estocagem do produto causam grandes danos aos tecidos dos alimentos. Este fenômeno é denominado recristalização e ocorre quando a temperatura do produto é elevada de modo que os pequenos cristais de gelo derretem e após redução da temperatura novamente, essa pequena quantidade de água líquida se junta aos cristais de maior volume já existentes, aumentando ainda mais o seu tamanho (HUNG; ERICKSON, 1997).

2.2.1 Efeito do Congelamento em Tecido Animal

Segundo Paine e Paine (1983), a técnica de congelamento é ideal para prolongar a vida útil de carnes e derivados. Em baixas temperaturas as reações físicas, químicas e bioquímicas no alimento, responsáveis por perdas sensoriais e degradação são retardadas. Sob congelamento essas reações não estão completamente estáticas, elas ocorrem em baixa velocidade, mesmo em congelamentos a $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Os produtos cárneos congelados possuem como importante parâmetro de referência de qualidade, o grau de desnaturação proteica que é apresentado durante o armazenamento. Essa desnaturação proteica é observada devido às flutuações contínuas de temperatura (SARANTOPOULOS et al., 2001).

Outro aspecto desvantajoso no congelamento de carnes é a desidratação superficial ou a “queima pelo frio”. Isso ocorre no momento em que o alimento perde umidade para a embalagem em que está envolvido, durante sua estocagem. Quando o produto tem sua temperatura reduzida e a água se torna líquida. Durante este processo de perda de líquido é possível observar a formação de uma névoa na embalagem do produto. Após a temperatura reduzir novamente, essa névoa congela gerando cristais de gelo na superfície do alimento, conseqüentemente é observado ressecamento, perda de coloração, sabor e textura do alimento neste local (KAREL, 1975; FELLOWS, 2007).

Sabe-se que a cadeia de produção de carnes bovinas e suínas envolvem o processo de logística pós-abate, em que a cadeia do frio está presente desde o início. Essa etapa produtiva requer todo o monitoramento e controle da temperatura do ambiente, de forma a garantir a proteção e qualidade do produto final. É comum a utilização de transportes climatizados ou refrigerados, freezers e ambientes monitorados. Apesar da tecnologia aplicada atualmente e os cuidados ingressados na cadeia do frio, impactos no produto

final ainda são observados, sendo interessante a aplicação de compostos crioprotetores para evitar os danos causados pelo congelamento e a recristalização (MACHADO, 2016).

2.3 Crioprotetores

Alguns aditivos alimentares possuem propriedades crioprotetoras, capazes de prevenirem a desnaturação proteica, a perda de água e garantir a conservação da textura, em alimentos congelados. Isso é possível porque esses compostos atuam na formação dos cristais de gelo alterando seu ponto de congelamento, interagindo com a água remanescente minimizando a recristalização, entre outros. Assim os impactos da cadeia do frio podem ser minimizados e maior valor é agregado aos produtos congelados (HUBALÉK, 2003; XIONG, 1997).

Substâncias crioprotetoras podem ter diferentes origens e serem obtidas de diferentes formas. Alguns agentes crioprotetores advém de plantas encontradas em ambientes extremos, outros são encontrados em insetos e peixes marinhos polares. Existem três principais grupos que essas substâncias podem ser classificadas em relação ao seu efeito protetor, são elas os agentes nucleantes, proteínas anticongelantes e solutos compatíveis (FULLER, 2004).

É observado que solutos compatíveis são compostos produzidos por organismos que se encontram em ambientes extremos, ou seja, desfavorável para sobrevivência. Estes solutos são açúcares e álcoois, como a trealose e o glicerol. Algumas pesquisas têm empregado essas substâncias visto que elas aumentam a viscosidade das soluções e interagem com a água livre, de tal forma que inibem a formação de cristais de gelo (FULLER, 2004).

Já as proteínas anticongelantes fazem parte do grupo de polipeptídios que asseguram a sobrevivência de organismos em temperaturas abaixo de 0 °C. Elas atuam diminuindo o ponto de congelamento sem alterar o ponto de fusão, se ligando a pequenos cristais de gelo interferindo no crescimento dos mesmos. Assim, há uma redução do tamanho dos cristais e menor índice de recristalização (GRIFFITH E EWART, 1995). Essas proteínas podem ser encontradas em plantas, fungos e bactérias, e alguns vertebrados (DAVIES E SYKEST, 1997; FULLER, 2004). Um desafio encontrado para aplicar estes crioprotetores é obtê-los de forma purificada ou parcialmente purificada para sua aplicação funcional.

Crioprotetores como os monossacarídeos e os oligossacarídeos atuam realizando uma crioproteção extracelular e não penetram na célula. Crioprotetores não permeáveis

formam geram uma viscosidade na água presente no tecido, inibindo a expansão dos cristais de gelo, protegendo as paredes celulares do gelo extracelular (MORGAN, 2006).

Frente aos desafios encontrados, a aplicação de carboidratos como agentes crioprotetores é uma alternativa interessante que pode ser explorada. Uma pesquisa reportada por Herrera et al. (2001) aplicou maltodextrina como crioprotetor durante o congelamento do peixe Blue Whiting, entre -10 e -20 °C. Pode-se perceber que o aditivo protetor inibiu a formação de formaldeído e que as amostras apresentaram menor desnaturação se comparadas às amostras que não receberam a maltodextrina. O trabalho de Zhang et al. (2020) aponta a aplicação de oligossacarídeo de carragena e xilooligossacarídeo como novos carboidratos eficientes na crioproteção de camarão descascado. A literatura relata poucos trabalhos utilizando o xilooligossacarídeo como agente crioprotetor sendo, portanto, um composto interessante para ser explorado.

2.3.1 Xilooligossacarídeos

Os xilooligossacarídeos (XOS) são oligômeros formados por unidade de xiloses. As xiloses são classificadas como um monossacarídeo, comumente encontradas em materiais lignocelulósicos, vegetais, leite e mel (GULLÓN et al., 2011). Para obter os XOS, são aplicados métodos químicos, hidrólise enzimática direta em substrato, ou a combinação entre tratamentos químicos e enzimáticos (AACHARY e PRAPULLA, 2011).

Os XOS são compostos que vêm se destacando em estudos e somando grande interesse pela indústria alimentícia, devido as suas ações positivas para a saúde. Estes compostos apresentam ação prebiótica, uma vez que chegam intactos ao intestino e estimulam o crescimento de bactérias benéficas como as bifidobacterias (OKAZAKI, FUJIKAWA, MATSUMOTO, 1990). No trabalho de Finegold (2014), foi possível constatar que o consumo de 1,4 g/dia de XOS foi suficiente para aumentar consideravelmente as bifidobacterias presentes no intestino, sem apresentar constipação ou diarreia, se comparado ao grupo que não recebeu diariamente o XOS.

O trabalho realizado de Zhang et al. (2020) na China, teve como objetivo avaliar a influência da aplicação de oligossacarídeos carragenina (CO) e de XOS no crescimento de cristais de gelo em camarões descascados congelados, devido à flutuação de temperatura que este produto sofre durante seu armazenamento. Pôde-se constatar através de imagens microestruturais que os camarões que foram imergidos em CO e XOS tiveram redução nos danos causados às miofibrilas teciduais, devido a formação de grandes

cristais de gelo. Também foi possível observar a inibição do crescimento e recristalização dos cristais nos tecidos musculares. Esta pesquisa concluiu que possivelmente os compostos de CO e XOS conseguiram se ligar às proteínas musculares, capturando moléculas de água através de pontes de hidrogênio, promovendo assim redução da desnaturação miofibrilar e o rompimento da estrutura tecidual induzida pelos cristais de gelo.

2.4 Impregnação à Vácuo

O método de impregnação a vácuo é um dos mais aplicados e eficientes para inserção de uma fase líquida em um corpo sólido. Neste método é aplicado diferentes pressões que promovem a saída do gás dos espaços intercelulares do sólido e entrada do líquido contendo o composto de criopreservação para o espaço intersticial (XIE; ZHAO, 2004).

A principal finalidade deste processo é introduzir dada substância em algum produto, de modo que o composto de interesse esteja presente na composição final e o alimento apresente novas funções, podendo conter características probióticas, nutricionais, propriedades antioxidantes (RADZIEJEWSKA-KUBZDELA; BIEGANSKA-MARECIK; KIDON, 2014) e propriedades de criopreservação (ZHANG et al., 2020).

A impregnação a vácuo tem sido utilizada na indústria de alimentos envolvendo pesquisas e novas tecnologias. A impregnação a vácuo apresenta maior eficiência quando comparada a outros métodos que realizam a transferência/retirada de sólidos de uma matriz, principalmente em relação ao tempo. Processos como a desidratação osmótica sob pressão atmosférica e a salga em conserva necessitam de horas e semanas para concluir o mecanismo. De forma rápida, a impregnação utiliza minutos (XIE; ZHAO, 2004).

Duas etapas envolvem o mecanismo de impregnação a vácuo. Na primeira etapa, a amostra imersa em uma solução impregnante é inserida a pressão de vácuo como aproximadamente -100 a 720 mmHg em um curto período de tempo, chamado de tempo de impregnação. Neste período ocorre a expulsão dos gases presentes no alimento para o ambiente externo. Na segunda etapa, o sistema retorna à pressão atmosférica, esta fase é denominada de tempo de relaxamento, neste momento o fluido líquido externo migra para dentro dos poros vazios presentes no tecido do alimento (XIE; ZHAO, 2004).

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1 Material

Um pedaço de lombo suíno com pouca gordura foi obtido no comércio local de Lavras-MG. O xilooligossacarídeo (>95%) foi obtido da empresa Biotipo (Piracicaba-SP). O ácido sulfúrico (>95%), fenol e álcool isoamílico (>95%) foram obtidos da Êxodo Científica (São Paulo, Brasil) e a xilose (≥ 99 %) foi adquirida da Sigma Aldrich (São Paulo, Brasil).

3.2 Índice de recristalização

A atividade de inibição de recristalização foi determinada usando o método proposto por Damodaran, 2007 e Wang e Damodaran (2009) com modificações. Cerca de 5 μ L de solução de xilooligossacarídeo e 5 μ L de álcool isoamílico foram colocadas em uma lâmina de vidro e coberta com uma lamínula de vidro. A lâmina foi congelada rapidamente a -75 °C em um ultra freezer (Coldlab, CL 120-86V, Brasil) por 5 min. A temperatura foi alterada entre -75 °C e -18 °C, em que as lâminas eram mantidas por 5 minutos em cada temperatura, totalizando 15 min como 1 ciclo. Foram realizados 3 ciclos. Após incubação foi avaliado o tamanho dos cristais de gelo por uma objetiva (40x) de um microscópio óptico (Meiji ML 5000; Meiji Techno America, Santa Clara, EUA) acoplado a câmera de vídeo (Cole-Palmer 49901-35; Cole-Palmer, Vernon Hills, EUA). O software ImageJ (National Institutes of Health) foi usado no processamento das imagens. O tamanho dos cristais de gelo das diferentes soluções de xilooligossacarídeos (1,5; 3,0; 4,5 % m/v) antes e após os ciclos térmicos foram avaliados. Foram realizadas medições de 50 cristais de gelo, para cada tratamento.

3.3 Impregnação a vácuo de cubos suínos

Os cubos de lombo suíno foram cortados a partir da medição feita com régua, com dimensões 1,5x1,5x1,5 cm. Os cubos foram impregnados a vácuo empregando diferentes concentrações de xilooligossacarídeo (1,5, 3,0 e 4,5 % m/v). O procedimento foi realizado em estufa a vácuo Precision Scientific Vacuum Oven 19 (Thermo Fisher Scientific, EUA) com pressão de 17 in Hg (57,57 kPa), à temperatura ambiente por 20 min, sendo que a cada 1 min o vácuo foi interrompido brevemente para aumentar a infiltração. Subsequentemente, as amostras sob pressão atmosférica ficaram em repouso por 10 min. Em seguida elas foram inseridas em embalagens de polietileno e congeladas a -75 °C em ultrafreezer (modelo CL 120-86V). Foi utilizado uma proporção de 1:10 de massa de

amostras por volume de solução. O procedimento foi realizado em 5 repetições para cada tratamento.

3.4 Análises de carboidratos e brix das soluções impregnantes

Objetivando avaliar a impregnação de XOS, as soluções impregnantes antes e após o processo de impregnação foram submetidas a análise de sólidos solúveis com auxílio de um refratômetro portátil (modelo RHB32, Brasil) e carboidratos totais pelo método de fenol-sulfúrico (DUBOIS et al., 1956). Para a análise de carboidratos totais foi adicionado a um tubo de ensaio 0,5 mL da solução impregnante, 0,5 mL de fenol (5 % m/v) e 2,5 mL de ácido sulfúrico (95 % m/v). As concentrações de XOS nas soluções antes e após a impregnação foram obtidas por uma curva padrão de xilose com concentrações variando entre 0 e 100 µg/mL ($R^2 = 0,985$). As variações desses parâmetros foram calculadas.

3.5 Viscosidade das soluções impregnantes

O comportamento reológico das soluções impregnantes antes e após o contato com os cubos suínos foi analisado em triplicatas a 25 °C. As viscosidades das soluções foram determinadas usando um viscosímetro rotacional de tubo concêntrico (Brookfield DVIII Ultra, Brookfield Engineering Laboratories, EUA). O spindle SC4-18 foi usado em uma rampa crescente com taxa de deformação de 79,33 s⁻¹ a 269,41 s⁻¹. O modelo Newtoniano (Equação 1) foi ajustado aos dados de tensão de cisalhamento e taxa de cisalhamento para determinar o perfil de fluxo dos fluidos (STEFFE, 1996).

$$\sigma = \mu \dot{\gamma} \quad (1)$$

onde σ é a tensão de cisalhamento (Pa), μ é a viscosidade (Pa s) e $\dot{\gamma}$ é a taxa de cisalhamento (s⁻¹).

3.6 Flutuação da temperatura

As amostras com dimensões 1,5x1,5x1,5 cm embaladas e congeladas a -75 °C foram divididas em três lotes: o primeiro lote foi submetido a 0 ciclos de flutuação de temperatura, o segundo a 2 ciclos e o terceiro a 4 ciclos. Um ciclo térmico consistiu em armazenar as amostras congeladas em um refrigerador a -18 °C por 3 h e, em seguida, transferi-las para outro refrigerador a 4 °C por 1 h. Após os ciclos térmicos, as amostras foram armazenadas a -18 °C para realização de análises posteriores.

3.7 Análises físico-químicas

3.7.1 Perda de água após descongelamento e cozimento

A perda de água por gotejamento foi avaliada relacionando a massa das amostras antes e após o descongelamento. Para isto as amostras *in natura* e impregnadas/descongeladas foram pesadas em balança analítica (Shimadzu, ATX 224, Japão). O descongelamento das amostras foi realizado a 4 °C por 12 h dentro das embalagens. Foram realizadas cinco medições para cada tratamento. A perda de exsudado foi calculada pela Equação 2.

$$m_p(\%) = \frac{m_A - m_D}{m_A} \times 100 \quad (2)$$

onde m_A (g) é a massa dos cubos suínos antes de congelar, m_D (g) é a massa dos cubos suínos após o descongelamento e m_p é a porcentagem de água perdida durante o descongelamento.

Seguindo a metodologia de Cheung, Liceaga e Li-Chan (2009) com algumas alterações a perda de água por cozimento das amostras de cubos suínos foi analisada. As amostras de carne (~ 4 g) foram pesadas, colocadas em sacos plásticos e inseridas em banho-maria a 75 °C por 15 min. Em seguida as amostras foram removidas do banho-maria e resfriadas em banho de gelo até atingirem a temperatura ambiente. As amostras foram retiradas das embalagens, secas em papel toalha e a massa final das amostras de cubos suínos cozido foram registradas, sendo a porcentagem de perda por cozimento obtida pela Equação 3. Foram realizadas cinco repetições da análise.

$$P_c(\%) = \frac{m_{cru} - m_{cozido}}{m_{cru}} \times 100 \quad (3)$$

onde m_{cru} (g) é a massa de carne suína cru, m_{cozido} (g) é a massa da carne suína após o cozimento e P_c é a porcentagem perdida durante o cozimento.

3.7.2 Textura

O perfil de textura (TPA - *Texture profile analysis*) dos cubos suínos foi medido com um texturômetro Universal modelo TA.XT2 (Texture Analyser, Stable Micro Systems) usando uma sonda cilíndrica (75 mm de diâmetro). Cada amostra foi analisada duas vezes com intervalo de 5 segundo entre as compressões. A velocidade de compressão das amostras foi de 1 mm s⁻¹, as amostras foram comprimidas 30 % de sua

altura inicial e os parâmetros dureza, elasticidade e coesividade foram obtidos. Para cada tratamento foram realizadas cinco repetições da análise.

3.7.3 Análise de cor

A coloração dos cubos suínos antes e após a impregnação foi realizada com um colorímetro CR-400 (Konica Minolta, Osaka, Japão) usando espaço de cor CIEL* a* b*, onde L* representa claridade e escuridão, a * indica cromaticidade verde (- a*) para o vermelho (+ a*) e b * representa cromaticidade do azul (- b*) ao amarelo (+ b*). Cada análise foi feita em quadruplicata, com três medidas em cada unidade amostral. A degradação da cor dos cubos suínos também foi avaliada por meio da diferença de cor total (ΔE), pela Equação 4 citada anteriormente.

$$\Delta E * = \sqrt{[(\Delta L *)^2 + (\Delta a *)^2 + (\Delta b *)^2]} \quad (4)$$

3.8 Análise estatística

O experimento foi conduzido em um Delineamento Inteiramente Casualizado (DIC) conforme mostra a Tabela 1. Os dados foram submetidos a análise de variância (ANOVA) e teste de média Tukey ($p < 0,05$) para determinar se houve diferença estatística significativa entre os tratamentos. O pacote estatístico SAS University Edition (SAS Institute Inc., Cary, NC, USA) foi usado para realizar estas análises e os gráficos foram construídos usando o *software* SigmaPlot versão 11 (Systat Software, Inc., San Jose, EUA).

Tabela 1 – Delineamento experimental

Tratamentos	% XOS	Flutuação de temperatura (Ciclos)
1		0
2	1,5	2
3		4
4		0
5	3,0	2
6		4
7		0
8	4,5	2
9		4
10		0
11	0	2
12		4

FONTE: Do autor (2022).

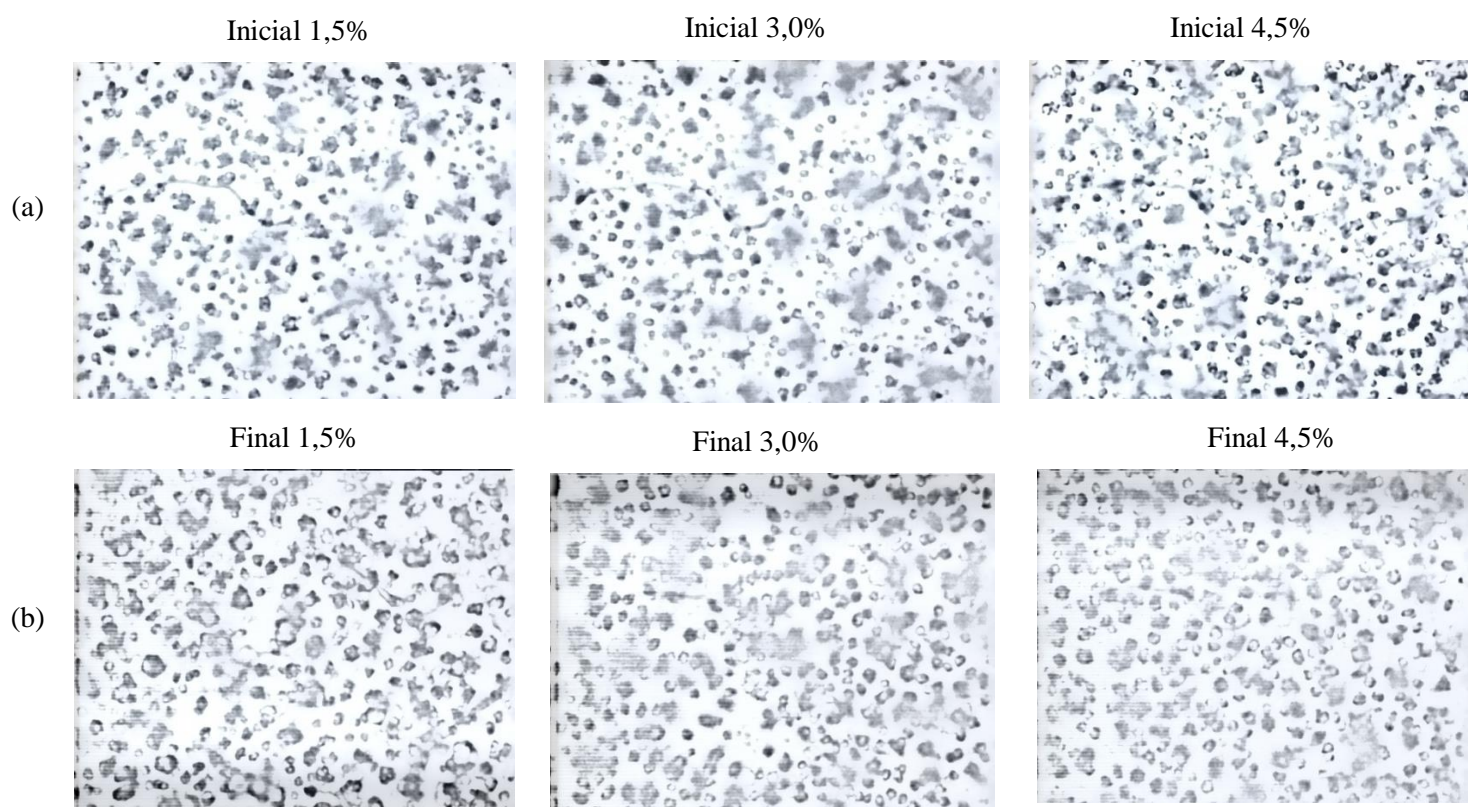
4.0 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Caracterização das soluções impregnantes

4.1.1 Inibição do índice de recristalização das soluções impregnantes

As imagens de microscopia de luz polarizada obtidas nas lâminas contendo diferentes concentrações de XOS congeladas a $-75\text{ }^{\circ}\text{C}$ e submetidas a três ciclos térmicos oscilando a temperatura entre $-75\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ estão apresentadas nas Figuras 1a e 1b, respectivamente.

Figura 1 - Imagens de microscopia de luz polarizada (aumentadas de 400 x) das lâminas de solução de XOS antes dos ciclos térmicos (a) e após os ciclos térmicos (b)



FONTE: Do autor (2022).

Com o auxílio do software ImageJ, foi possível medir os diâmetros dos cristais de gelo antes e após os ciclos de recristalização (Tabela 2). Foi observado diferença significativa ($p < 0,05$) entre as soluções apenas para diferentes concentrações de XOS, sendo que a solução contendo 1,5 % de XOS apresentou cristais de gelo com maiores diâmetros, observado diâmetros médios de $0,0021 \pm 0,0005\text{ mm}$ e $0,0022 \pm 0,0006\text{ mm}$ antes e após os ciclos térmicos, respectivamente, para este tratamento.

Tabela 2 - Tamanho médio dos cristais de gelo antes e após o ciclo de recristalização

Amostras		Tamanho dos cristais (mm)
Antes dos	1,5	0,0021 ± 0,0005 ^a
ciclos de	3,0	0,0016 ± 0,0004 ^b
recristalização	4,5	0,0012 ± 0,0003 ^c
Após ciclos	1,5	0,0022 ± 0,0006 ^a
de	3,0	0,0017 ± 0,0004 ^b
recristalização	4,5	0,0011 ± 0,0003 ^c

Médias seguidas de mesmas letras minúsculas na coluna não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

Pela Tabela 2 pode-se observar uma redução progressiva do tamanho médio dos cristais de gelo com o aumento da concentração de XOS. Embora para uma mesma concentração não foi vista diferença ($p < 0,05$) entre o tamanho dos cristais antes e após os ciclos térmicos, nota-se que maiores concentrações de XOS favoreceram a existência de cristais de gelo com menores dimensões, sendo observado um tamanho médio de $0,0022 \pm 0,0006$ mm, $0,0017 \pm 0,0004$ mm e $0,0011 \pm 0,0003$ mm, para as soluções de 1,5 %, 3,0 % e 4,5 % de XOS, respectivamente. Isto ocorre porque ao submeter as lâminas com maiores teores de XOS aos ciclos térmicos, os pequenos cristais de gelo derretem e são impedidos de se unir aos cristais ainda existentes, pois o XOS atua capturando essas moléculas de água através de ligações de hidrogênio (ZHANG et al., 2020). Com este comportamento, o XOS demonstrou ser um agente crioprotetor consistente que atuará inibindo a recristalização de gelo em alimentos, evitando assim os danos mecânicos ocasionados por este mecanismo e consequentemente a perda de qualidade dos tecidos congelados.

4.1.2 Viscosidade, variação de sólidos solúveis e carboidratos totais das soluções impregnantes

O comportamento reológico das soluções impregnantes é um fator importante que exhibe influência direta sobre o processo de impregnação a vácuo, pois este processo envolve o escoamento de fluido para o interior dos tecidos do alimento. O fluxo de líquidos pelos poros dos alimentos é reduzido quando se utiliza soluções com altas

viscosidades (MERLIN, 2007). Logo, o uso de fluidos muito viscosos pode retardar o processo de impregnação.

As viscosidades médias das soluções antes e após a impregnação a vácuo foram medidas com um viscosímetro rotativo. A viscosidade e os parâmetros estatísticos observados para o ajuste ao modelo (Equação 1) são apresentados na Tabela 3 e as curvas de fluxo das soluções são mostradas na Figura 2. Pela Figura 2 nota-se que as soluções apresentaram perfil de um fluido Newtoniano, os dados experimentais apresentaram bom ajuste a este modelo com $R^2 \geq 0,984$, além de baixos valores da raiz quadrada do erro-médio ($RMSE \leq 0,0072$) (Tabela 3). Houve diferença estatística ($p < 0,05$) entre as viscosidades das soluções de XOS preparadas em diferentes concentrações, sendo que a viscosidade das soluções recém preparadas variou entre $1,03 \pm 0,01$ Pa s e $1,25 \pm 0,00$ Pa s. Foi observado um aumento progressivo desse parâmetro com o aumento da concentração do carboidrato na solução.

Com exceção da solução contendo 1,5 % de XOS, houve uma redução das viscosidades das soluções após o processo de impregnação. Segundo Rao (1999) e Adorno (1997), a viscosidade diminui com menores concentrações de sólidos, devido ao menor atrito entre as moléculas e menores efeitos eletroviscosos gerados por interações moleculares. Este resultado é um indicativo da aderência de XOS nas estruturas teciduais dos cubos suínos. O aumento da viscosidade na solução de 1,5 % pode estar atrelado à saída de algum componente da carne para o meio impregnante após o processo de impregnação, gerando assim um aumento de concentração de sólidos na solução.

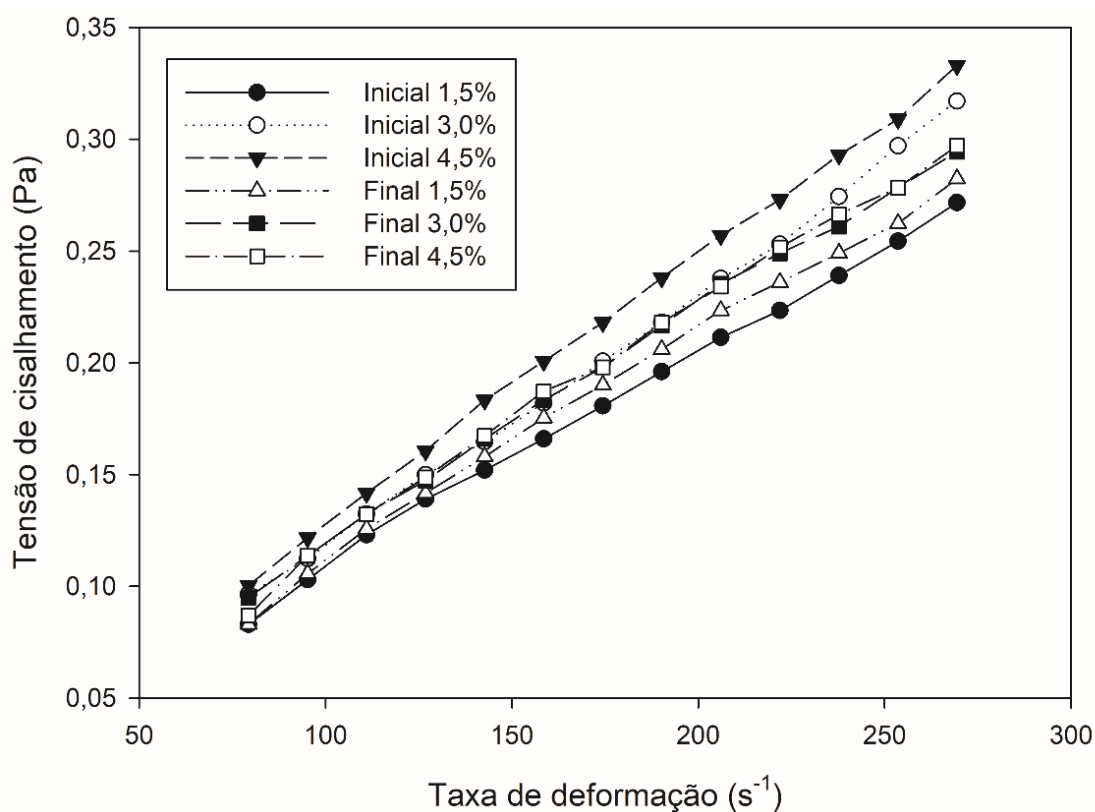
Tabela 3 – Parâmetros reológicos das soluções impregnantes

Solução impregnante	μ (mPa s)	RMSE	R^2
Inicial 1,5%	$1,03 \pm 0,01^b$	0,0072	0,984
Inicial 3,0%	$1,15 \pm 0,03^{ab}$	0,0053	0,994
Inicial 4,5%	$1,25 \pm 0,00^a$	0,0055	0,993
Final 1,5%	$1,08 \pm 0,02^b$	0,0027	0,988
Final 3,0%	$1,13 \pm 0,02^b$	0,0066	0,988
Final 4,5%	$1,14 \pm 0,02^{ab}$	0,0063	0,988

Médias seguidas de mesmas letras minúsculas na coluna não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

As curvas de fluxo, conforme mostra a Figura 2, descrevem perfil Newtoniano das soluções impregnantes já que pode ser observada uma relação proporcional entre a tensão de cisalhamento e a taxa de deformação. É evidente também que há uma ligeira redução das tensões de cisalhamento das soluções finais com 3,0 % e 4,5 % de XOS, comparadas as respectivas soluções iniciais. Como a viscosidade é uma constante de proporcionalidade entre tensão de cisalhamento e taxa de deformação foi visto também uma redução deste parâmetro para estas soluções (Tabela 3). A viscosidade das soluções contendo 1,5 % de XOS não apresentou diferença significativa ($p < 0,05$) entre si (Tabela 3).

Figura 2 – Curva de fluxo das soluções impregnantes



A partir da Tabela 4, é possível observar a variação da concentração de XOS e sólidos solúveis (°Brix) das soluções após o processo de impregnação. Nota-se que a solução com 4,5 % de XOS exibiu uma maior variação da concentração de XOS ($-5,596 \pm 0,286 \mu\text{g/mL}$) evidenciando que esta condição proporcionou uma maior impregnação desse crioprotetor. Enquanto para a solução com 1,5 % de XOS foi observado uma menor variação. Kunsler (2017) ao impregnar corte de morango com solução compostas por 100g/L e 500g/L de trealose também observou melhor eficiência de impregnação ao

empregar solução impregnante com maiores concentrações, por meio da difusão. Para os sólidos solúveis nota-se que houve um ligeiro aumento de sólidos na solução de 1,5 %, resultando em uma variação positiva desse parâmetro ($0,07 \pm 0,05$), este resultado indica que algum componente da carne pode ter migrado para a solução impregnante sob estas condições.

Tabela 4 – Variação da concentração de XOS e °Brix

Concentração de XOS	Variação da concentração de XOS ($\mu\text{g/mL}$)	Variação °Brix
1,5%	$- 0,454 \pm 0,026^c$	$0,07 \pm 0,05^a$
3,0%	$- 1,787 \pm 0,274^b$	$-1,16 \pm 0,12^b$
4,5%	$- 5,596 \pm 0,286^a$	$-1,63 \pm 0,35^b$

Médias seguidas de mesmas letras minúsculas na coluna não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

Assim, acredita-se que dois mecanismos estejam envolvidos na transferência da solução para a fase líquida do tecido, sendo elas a transferência por difusão, devida a diferença de concentração do componente principal e os mecanismos hidrodinâmicos, graças a ação de forças entre moléculas, que promove a entrada do composto em questão. Zhang (2020) cita que a moléculas de XOS no tecido animal interagem com as proteínas presentes no tecido muscular e com as moléculas de água presentes.

4.2 Caracterização dos tratamentos submetidos a flutuação de temperatura

Os cubos suínos pré-tratados, congelados e descongelados foram analisados quanto a perda de água após descongelamento (m_c) e por cozimento (P_c), variação da coloração e textura, sendo medidas para este parâmetro a dureza, a elasticidade e a coesividade.

Pela Tabela 5 foi observado que a perda de água por cozimento foi menor nos tratamentos 5 e 8, que continham, respectivamente, as concentrações 3,0 e 4,5% de XOS. A condição isenta de pré-tratamento com XOS e submetida a 4 ciclos térmicos (Tratamento 12) foi o ensaio que apresentou maiores perda de exsudado ($8,81 \pm 0,51$ %) e por cozimento ($45,89 \pm 5,22$ %).

A variação de massa após o processo de descongelamento é um parâmetro de grande relevância para validação da ação crioprotetora de um determinado composto,

visto que a água perdida durante o descongelamento prejudica a textura, a cor e o sabor do alimento. Foi possível observar que a impregnação de XOS nos tecidos cárneos reduziram a perda de água por cozimento e exsudação. Isto ocorre porque sacarídeos, como a trealose, oligossacarídeos de alginato e xilooligossacarídeo atuam reduzindo o tamanho dos cristais de gelo formado e na preservação de macromoléculas biológicas evitando que elas sofram mudanças conformacionais e consequente desnaturação quando expostas a baixas temperaturas (ZHANG et al., 2017; XIONG et al., 2009). Assim, as estruturas são preservadas e não há grandes perdas de fluidos.

Além disso, Tadanori et al. (2002) relatam que é possível obter ligações de hidrogênio entre os sacarídeos e os aminoácidos das proteínas, trazendo estabilidade no potencial eletrostático de superfície. Dessa forma, a proteína consegue ser flexível na ausência da água congelada, o que permite a permanência da proteína sem danos causados pelo congelamento.

As amostras não apresentaram diferença estatística ($p < 0,05$) para os parâmetros elasticidade e coesividade; entretanto, foi observada diferença ($p < 0,05$) para a variável dureza. A amostra sem pré-tratamento e submetida a mais ciclos térmicos (tratamento 12) apresentou menor dureza ($133,78 \pm 17,60$ N), fato que pode ser atribuído a maior fragmentação das fibras musculares, devido a formação de grandes cristais de gelo (RODRIGUES, 2013). A menor dureza da carne pode contribuir aumentando a sua maciez, isto é uma característica interessante sensorialmente. Entretanto, a alta fragmentação de fibras pode ocasionar menor capacidade de retenção de água e consequentemente menor suculência da carne. Além disso, a redução da água intracelular pode ocasionar perda da maciez e aumento das resistências das fibras musculares (GOMIDE; RAMOS; FONTES, 2013).

Os XOS atuaram no tecido animal evitando a degradação da estrutura proteica que compõem as fibras musculares e promove uma manutenção da textura da carne após os ciclos térmicos, sendo que com apenas 1,5 % de XOS na solução impregnante já foram observados efeitos positivos expressivos na crioproteção deste alimento.

Tabela 5 – Caracterização dos cubos suínos após impregnação congelamento/descongelamento

Tratamentos	m_c (%)	P_c (%)	ΔE	Dureza (N)	Elasticidade (mm)	Coesividade
1	7,79 ± 1,05 ^{ab}	36,44 ± 1,34 ^{cd}	7,50 ± 2,33 ^c	342,66 ± 75,81 ^a	0,60 ± 0,03 ^a	0,66 ± 0,13 ^a
2	8,70 ± 0,27 ^a	35,43 ± 1,79 ^{cd}	3,13 ± 0,80 ^d	337,02 ± 29,99 ^{ab}	0,69 ± 0,05 ^a	0,60 ± 0,02 ^a
3	7,49 ± 0,44 ^{ab}	33,79 ± 4,78 ^{cd}	7,05 ± 1,03 ^c	297,68 ± 56,84 ^{abc}	0,65 ± 0,07 ^a	0,60 ± 0,02 ^a
4	7,47 ± 0,91 ^{ab}	32,78 ± 2,39 ^{cd}	10,82 ± 1,08 ^b	346,34 ± 80,47 ^a	0,64 ± 0,02 ^a	0,63 ± 0,01 ^a
5	7,00 ± 1,63 ^{ab}	29,39 ± 4,06 ^d	4,76 ± 1,82 ^{cd}	159,47 ± 81,87 ^{cd}	0,69 ± 0,02 ^a	0,60 ± 0,02 ^a
6	8,50 ± 1,32 ^{ab}	37,80 ± 1,03 ^{bc}	13,98 ± 0,74 ^a	244,54 ± 25,67 ^{abcd}	0,68 ± 0,08 ^a	0,60 ± 0,04 ^a
7	6,62 ± 0,84 ^{ab}	33,12 ± 2,31 ^{cd}	13,42 ± 1,04 ^{ab}	328,64 ± 43,97 ^{ab}	0,67 ± 0,18 ^a	0,64 ± 0,06 ^a
8	6,02 ± 0,63 ^b	29,60 ± 1,58 ^d	4,41 ± 1,18 ^{cd}	222,32 ± 50,50 ^{abcd}	0,71 ± 0,03 ^a	0,59 ± 0,04 ^a
9	7,10 ± 0,84 ^{ab}	36,82 ± 1,01 ^{bcd}	14,05 ± 0,39 ^a	164,70 ± 48,21 ^{cd}	0,68 ± 0,03 ^a	0,58 ± 0,02 ^a
10	6,59 ± 0,45 ^{ab}	30,52 ± 1,38 ^{cd}	3,71 ± 1,76 ^d	210,319 ± 10,12 ^{abcd}	0,67 ± 0,05 ^a	0,61 ± 0,03 ^a
11	7,63 ± 0,88 ^{ab}	44,17 ± 2,42 ^{ab}	3,92 ± 0,94 ^d	181,01 ± 58,76 ^{bcd}	0,65 ± 0,01 ^a	0,59 ± 0,05 ^a
12	8,81 ± 0,51 ^a	45,89 ± 5,22 ^a	5,82 ± 0,42 ^{cd}	133,78 ± 17,60 ^d	0,76 ± 0,07 ^a	0,57 ± 0,02 ^a

Médias seguidas de mesmas letras minúsculas na coluna não diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

m_c (%) – Perda de fluidos celulares; P_c (%) – Perda de massa por cozimento; ΔE – Variação de cor total.

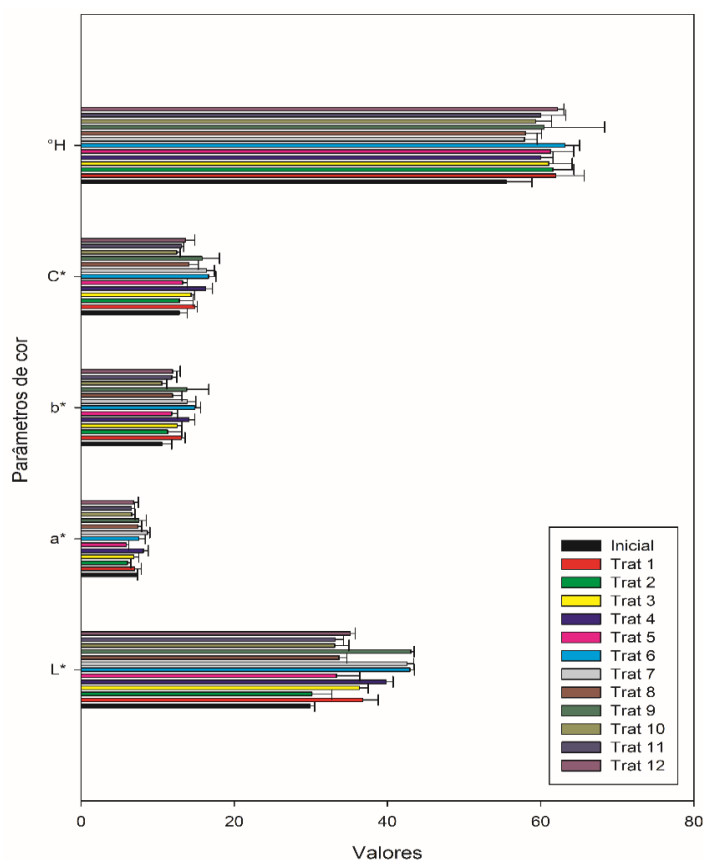
Com relação a variação de coloração das amostras de carne *in natura* e pré-tratadas descongeladas (Tabela 5) verificou-se que as amostras tratadas com 3,0 e 4,5 % de XOS e sujeitas a 4 ciclos térmicos apresentaram maior variação da coloração, sendo $13,98 \pm 0,74$ e $14,05 \pm 0,39$, respectivamente. Nota-se que a presença de maiores teores de XOS e a exposição dos cubos suínos a maiores números de ciclos térmicos que promovem maiores danos celulares ao tecido cárneo e contribuíram para a variação da coloração das amostras. A coloração da carne é atribuída a presença de pigmentos contendo o grupo heme, provavelmente sobre as condições descritas estes pigmentos se acumularam entre as fibras musculares, resultando em maiores variações da coloração (FRANCO, 2007).

Os parâmetros colorimétricos dos cubos suínos *in natura* e posterior a impregnação, congelamento e descongelamento de cada tratamento estão expostos na Figura 3. Observa-se que a carne suína *in natura* apresentou menor valor do parâmetro L^* (claridade), que está ligado a palidez do tecido. Isto pode ser atrelado aos danos causados às estruturas celulares nos cubos que passaram por ciclos térmicos, pois após o processo de descongelamento e aumento da presença de líquido intracelular na superfície muscular do tecido devido a ruptura celular, é possível que ocorra maior birrefringência.

Este fenômeno ocorre quando os raios luminosos incidentes não são absorvidos e sim refletidos para o meio externo, aumentando o indicador L^* (FRANCO, 2007). Também foi visto um ligeiro aumento dos valores para o eixo vermelho ($+ a^*$) para algumas amostras descongeladas, comparadas a amostra *in natura*. Como mencionado anteriormente este resultado pode ser associados ao acúmulo dos pigmentos, devido a ruptura celular.

Os principais pigmentos na carne associados a cor são a mioglobina, a hemoglobina e o citocromo C. Quanto maior a presença desses pigmentos heme, maior será a intensidade da cor vermelha na carne (RANKEN, 2000). Após descongelamento de uma peça cárnea, o contato do ar atmosférico com a superfície do tecido pode acarretar em uma reação de oxigenação, onde sítios livres da mioglobina irão se ligar ao oxigênio. Esse processo ocorre rapidamente e consegue elevar a coloração vermelha brilhante na carne trazendo o aspecto de carne fresca (GOMIDE; RAMOS; FONTES, 2013). As diferenças de coloração nas amostras impregnadas podem ser explicadas pela facilidade de penetração do oxigênio nos tecidos danificados pelo congelamento.

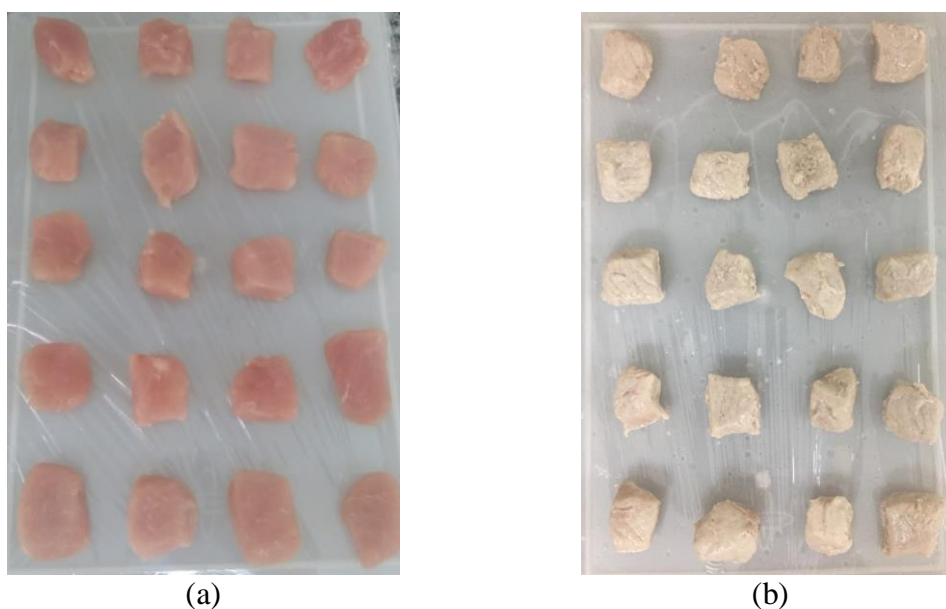
Figura 3 – Parâmetros colorimétricos das amostras de cubos suínos



FONTE: Do autor (2022).

Através da Figura 4, é possível observar a coloração e o aspecto dos cubos suínos após descongelamento (Figura 4a) e após cozimento (Figura 4b). A coloração de carne fresca apresentada pelos cubos suínos após descongelamento está associada a oxigenação da mioglobina gerando o pigmento oximioglobina. Já a coloração acinzentada apresentado pelos cubos suínos após cozimento (75 °C) ocorre devido a formação do pigmento globina hemicromo. Este pigmento tem a parte proteica (globina) desnaturada e o ferro na forma oxidada (Fe^{3+}). Outros fatores, como a caramelização de carboidratos e reação de Maillard que gera pigmentos próprios como as melanoidinas também contribuem para esta coloração (GOMIDE; RAMOS; FONTES, 2013)

Figura 4 – Cubos suínos após descongelamento (a) e cozimento (b)



FONTE: Do autor (2022).

Além do potencial crioprotetor, os XOS são oligossacarídeos não digeríveis, ou seja, quando ingeridos eles não são digeridos e chegam ao intestino com sua estrutura inicial (SAMANTA et al., 2015). Experimentos in vitro demonstraram o potencial dos XOS como agente prebiótico natural, já que influenciam positivamente o desenvolvimento da microbiota intestinal. Finegold et al. (2014) realizaram um estudo para observar a ingestão de XOS de 2,8 g e 1,4 g diárias com adultos saudáveis e constataram aumento significativo na contagem das bactérias do gênero *Bifidobacterium* sem nenhum efeito colateral, demonstrando a estimulação da microbiota benéfica presente no trato gastrointestinal humano. Moléculas de XOS são encontradas em tecido

vegetal e não estão presentes em tecido animal, por isso sua aplicação em cubos suínos traria uma nova funcionalidade a este produto que é pobre em fibras, gerando funções nutricionais ainda melhores ao consumidor.

5.0 CONCLUSÃO

O presente trabalho apresentou uma pesquisa envolvendo a impregnação a vácuo de cubos suínos com xilooligossacarídeos em diferentes concentrações para observar seu potencial crioprotetor neste alimento. Pela análise de índice de recristalização foi identificado que as soluções que continham maiores concentrações de XOS apresentaram cristais de gelo com menores diâmetros, evidenciando seu potencial inibidor de recristalização do gelo.

Ao avaliar as soluções impregnantes antes e após o processo de impregnação foi observado aderência do XOS aos tecidos cárneos, pois foi visto redução da concentração de carboidratos totais, sólidos solúveis e viscosidade das soluções após a etapa de impregnação. Notou-se que a solução com 4,5% de XOS exibiu uma maior variação da concentração de XOS ($5,596 \pm 0,286 \mu\text{g/mL}$), ou seja, esta condição proporcionou uma maior impregnação desse crioprotetor, visto obter maior diferença entre solução final e inicial. Também para 4,5 % houve menores perdas de água por descongelamento e cozimento. Dessa forma, tem-se no trabalho essa concentração como solução ideal.

Assim, o XOS apresentou uma ação de criopreservação eficiente, pois as amostras impregnadas com maiores concentrações desse carboidrato exibiram menores perdas de água por cozimento e exsudação e maior dureza indicando baixa ocorrência de danos mecânicos devido a formação dos cristais de gelo. Além de preservar as qualidades sensoriais da carne suína devido a ação protetora, o XOS ainda promove um enriquecimento nutricional deste alimento, já que se trata de um carboidrato não digerível que atua como prebióticos para os microrganismos benéficos que habitam o intestino humano.

6.0 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AACHARY, A. A.; PRAPULLA, S. G. Xylooligosaccharides (XOS) as an Emerging Prebiotic: Microbial Synthesis, Utilization, Structural Characterization, Bioactive Properties, and Applications. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 10, n. 1, p. 2–16, 13 jan. 2011.
- ABIPECS, ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DA INDÚSTRIA PRODUTORA E EXPORTADORA DE CARNE SUÍNA. História da Abipecs: objetivo. 2015b. Disponível em: < <http://www.abipecs.org.br/pt/institucional/historia.html>>. Acesso em: 12 Abril 2022.
- ABPA. ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE PROTEÍNA ANIMAL. **Relatório anual 2021**. Disponível em: https://abpa-br.org/wp-content/uploads/2021/04/ABPA_Relatorio_Anual_2021_web.pdf . Acesso em: abril, 2022.
- ADORNO, R.A.C. Reologia de Sucos de Frutas Tropicais: Manga, Maracujá, Mamão e Goiaba. **Tese de Mestrado**. Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, 1997.
- ALI, S. et al. Effect of multiple freeze-thaw cycles on the quality of chicken breast meat. **Food Chemistry**, v. 173, p. 808–814, 2015.
- BEM, A. M. Effect of freezing and microbial growth em myoglobin derivatives of beef. **Food Chemistry**, v.147, n.10, p.4093, 1999.
- BIANCA, P.S. Caracterização físico-química e sensorial dos apesuntados elaborados com carne suína proveniente da raça JSR, e acrescido dos hidrocolóides: carragena, fécula de mandioca e maltodextrina. **Dissertação de mestrado em Tecnologia de Alimentos**. 2005. 95p.
- BRIDI, A. M. Efeito do genótipo Halatano e de diferentes sistemas de produção na qualidade da carne suína. **Revista Brasileira de Zootecnia**, Viçosa, v 32, n. 6, nov./dez., 2003.
- CARLIN, K. R. M., Huff-Lonergan, E., Rowe, L. J., &Lonergan, S. M. Effect of oxidation, pH, and ionic strength on calpastatin inhibition of μ - and m calpain. **Journal of Animal Science**, 84, 925–937.2006.
- CASSENS, R. G. Historical and current aspects of pork meat quality in the USA. **Food Chemistry**, v . 69, p. 357-363, 2002.
- CHEUNG, I. W. Y.; LICEAGA, A. M.; LI-CHAN, E. C. Y. Pacific hake (*merluccius productus*) hydrolysates as cryoprotective agents in frozen pacific cod fillet mince. **Journal of Food Science**, v. 74, n. 8, p. 588–594, 2009.
- DAMODARAN, S. Inhibition of ice crystal growth in ice cream mix by gelatin hydrolysate. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 55, n. 26, p. 10918–10923, 2007.

- DAVIES, P. L.; SYKEST, B. D. **Antifreeze proteins**, *Journal of Structural Biology*, v. 7, p. 828-834, 1997.
- DUBOIS, M. et al. Colorimetric Method for Determination of Sugars and Related Substances. *Analytical Chemistry*, v. 28, n. 3, p. 350–356, 1956.
- FELLOWS, P. J. Tecnologia do Processamento de Alimentos. 2. ed. **Porto Alegre: Artmed Editora S.A.**, 2007.
- FINEGOLD, S. M. et al. Xylooligosaccharide increases bifidobacteria but not lactobacilli in human gut microbiota. *Food & Function*, n. 5, p. 436–445, 2014.
- FRANCO, F. O. Efeito das variações térmicas na perda de umidade em carcaças de frango. **Dissertação de Mestrado**. Universidade de São Paulo. Ciências dos Alimentos. São Paulo, 2007.
- FREITAS, A.C.; FIGUEIREDO, P. Conservação por Utilização de Baixas Temperaturas. In: **Conservação de Alimentos**. Lisboa, p. 129-136, 2000.
- FULLER, B. J. Cryoprotectants: the Essential Antifreezes To Protect Life in the Frozen State. *CryoLetters*, v. 25, n. 6, p. 375–388, 2004.
- GOMIDE, L. A. DE M.; RAMOS, E. M.; FONTES, P. R. Ciência e Qualidade da Carne - **Série Didática - Fundamentos**. 1. ed. **Viçosa: Editora UFV**, 2013. v. 1
- GRIFFITH, M.; EWART, K. V. **Department of BioloD, , University of Waterloo. Research Inatitute**, The Hospital for Sick Children, 555 . University Avenue, Toronto, Ontario, Canada. v. 13, n. 3, p. 375–402, 1995.
- GULLÓN, P., González-Muñoz, M.J. & Parajó, J.C. Manufacture and prebiotic potential of oligosaccharides derived from industrial solid wastes. *Bioresource Technology*, 102, 6112–6119.2011.
- HERRERA, J. J.; PASTORIZA, L.; SAMPEDRO, G. A DSC. Study on the effects of various maltodextrins and sucrose on protein changes in frozen-stored minced blue whiting muscle. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, v. 81, p. 377-384, 2001.
- HELDMAN, D. R.; HARTEL, R. W. Principles of Food Processing. 2. ed. **Maryland: Aspen Publishers**, 1998.
- HUBÁLEK, Z. **Protectants used in the cryopreservation of microorganisms**, *Cryobiology*, v. 46, p. 205–229, 2003.
- HUNG, Y. C.; ERICKSON, M. C. **Quality in Frozen Food**. Nova York: Chapman & Hall, 1997.
- INSTITUTO INTERNACIONAL DEL FRÍO. **Alimentos Congelados**. Zaragoza: Editorial Acribia, S.A., 1990.
- JAMES, S. J. & BROWN, T. Process design data for pork chilling. *International Journal of Refrigeration*, Berlim – Germany, v.15, n.7, p.281–289, 1992.

KAREL, M. Principles of Food Science: **Physical principles of food preservation**. Madison: CRC Press, 1975.

KUNSLER, N. L. F., Estudo da Impregnação a Vácuo de Trealose como Crioprotetor em Morangos. **Dissertação de Mestrado**. Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia. Porto Alegre, RS. 2017.

MACHADO, S. T. Influência da Logística Pré-abate na Cadeia produtiva de Carne Suína. **Pós-Graduação em Engenharia de Produção**. Universidade Paulista – UNIP. 20016.

MAPA, 2011. **Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento do governo brasileiro**; Disponível em: www.agricultura.gov.br>Acessado em Abril. 2022.

MERLIN, K. B. Estudo Comparativo da Impregnação a Vácuo de Maçã (Var. Fuji), pêra (Var. D'Água e D'Anjou) e Manga (Var. Tommy Atkins). **Dissertação de Mestrado**. Universidade Federal de Santa Catarina, Engenharia de Alimentos. Florianópolis, 2007.

MORGAN, C. A., HEERMAN, N., WHITE, P. A., VESEY, G. **Preservation of microorganisms by drying: a review, journal of microbiological methods**, v. 66, p. 183-193, 2006.

OKAZAKI, M.; FUJIKAWA, S.; MATSUMOTO, N. **Effects of xylo-oligosaccharides on growth of bifidobacteria**. *Bifidobacteria and Microflora*. v. 9, p. 77-86, 1990.

PAINE. F. A.; PAINE. H. Y. A handbook of food packing. Glasgow: **Blackie Academic & Professional**, p. 497, 1983.

PELOSO, J.V. Qualidade da carcaça e níveis de expressão dos genes FABP3 e FAPB4 em suínos destinados à produção industrial de presuntos maturados. Viçosa:MG, UFV, 2006. 104p. **Tese (Doutorado em Zootecnia)** – Universidade Federal de Viçosa. 2006.

RADZIEJEWSKA-KUBZDELA, E.; BIEGANSKA-MARECIK, R.; KIDON, M. Applicability of vacuum impregnation to modify physico-chemical, sensory and nutritive characteristics of plant origin products - A review. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 15, n. 9, p. 16577–16610, 2014.

RAHMAN, M. S.; RUIZ, J. F. V. **Food Preservation by Freezing**. In: RAHMAN, M. S. Handbook of Food Preservation. Boca Raton: CRC Press, p. 635-657, 2007.

RAIMUNDO, L. M. B.; BATALHA, M. O. Mercado de carne suína na cidade de São Paulo: segmentos e estratégias. **Gestão & Produção**, 2015.

RANKEN, M. D. Handbook of meat product technology. Oxford: **Blackwell Science**, 2000. P. 212.

RAO, M.A., Rheology of fluid and semisolid foods: principles and applications – **Food Engineering Series, 1a ed., Aspen Publishers, Inc.**, 1999.

ROBERTSON, G. L. **Food Packaging: principles and practice**. New York: Marcel Decker, 1992.

ROÇA, R. O. Congelamento. **Departamento de Gestão e Tecnologia Agroindustrial**. UNESP. Botucatu – SP. 2006.

RODRIGUES, M. Z. Impregnação a Vácuo de Micro-organismos Probióticos em Goiaba Minimamente Processada. [s.l.] **Universidade Federal de Viçosa**, 2013.

SAMANTA, A.K.; JAYAPAL, N.; JAYARAM, C.; ROY, S.; KOLTE, A.P.; SENANI, S. Xylooligosaccharides as prebiotics from agricultural by-products: Production and applications. **Bioactive Carbohydrates and Dietary Fibre**, v.5, p.62–71, 2015. DOI 10.1016/j.bcdf.2014.12.003.

SARANTOPOULOS, C. I. G. L.; OLIVEIRA, L. M.; CANAVESI, E. Requisitos de conservação de alimentos em embalagens flexíveis. **Campinas: CETEA/ITAL**, p.213, 2001.

SEBRANEK, J. G. Use of cryogenics for muscle foods. **Brazilian Food Technology**, Campinas – SP, v.36, p.121-127, 1982.

STEFFE, J. F. **Rheological methods in food process engineering**. 2. ed. Michigan: Freeman Press, 1996.

TADANORI, S., TAKEHIKO, G., YOSHIYASU, A. Growth rate and morphology of ice crystals growing in a solution of trehalose and water. **Journal of Crystal Growth**, 240, 218–229.2002.

USDA, **Food Composition Databases**. Disponível em: <https://ndb.nal.usda.gov/ndb/>. Acesso em abril de 2022.

XIE, J.; ZHAO, Y. Use of Vacuum Impregnation To Develop High Quality and Nutritionally Fortified Frozen Strawberries. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 28, n. 2, p. 117–132, 2004.

XIONG, G., Cheng, W., Ye, L., Du, X., Zhou, M., Lin, R., et al. Effects of konjac glucomannan on physicochemical properties of myofibrillar protein and surimi gels from grass carp (*Ctenopharyngodon idella*). **Food Chemistry**, 116(2), 413–418. 2009.

XIONG, Y. L. Protein denaturation and functionality losses. In M. C. Erickson, e Y. C. Hung (Eds.), **Quality of frozen foods**. p. 111-139, 1997.

ZHANG, B.; CAO, H. J.; WEI, W. Y.; YING, X. G. Influence of temperature fluctuations on growth and recrystallization of ice crystals in frozen peeled shrimp (*Litopenaeus vannamei*) pre-soaked with carrageenan oligosaccharide and xylooligosaccharide. **Journal Food Chemistry** p. 306, 2020.