

ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHO MÉDIO E ANÁLISE SENSORIAL APLICADA À DETECÇÃO DE ADULTERAÇÃO DE CAFÉ TORRADO POR ADIÇÃO DE CASCAS DE CAFÉ

Katiany Mansur Tavares*, Rosemary Gualberto Fonseca Alvarenga Pereira, Cleiton Antônio Nunes e Ana Carla Marques Pinheiro

Departamento de Ciência dos Alimentos, Universidade Federal de Lavras, 37200-000 Lavras - MG, Brasil

Mírian Pereira Rodarte

Departamento de Ciências Farmacêuticas, Universidade Federal de Juiz de Fora, 36036-900 Juiz de Fora - MG, Brasil

Mário César Guerreiro

Departamento de Química, Universidade Federal de Lavras, 37200-000 Lavras - MG, Brasil

Recebido em 23/9/11; aceito em 18/1/12; publicado na web em 30/4/12

MID-INFRARED SPECTROSCOPY AND SENSORY ANALYSIS APPLIED TO DETECTION OF ADULTERATION IN ROASTED COFFEE BY ADDITION OF COFFEE HUSKS. Mid-infrared spectroscopy and chemometrics were used to identify adulteration in roasted and ground coffee by addition of coffee husks. Consumers' sensory perception of the adulteration was evaluated by a triangular test of the coffee beverages. Samples containing above 0.5% of coffee husks from pure coffees were discriminated by principal component analysis of the infrared spectra. A partial least-squares regression estimated the husk content in samples and presented a root-mean-square error for prediction of 2.0%. The triangular test indicated that were than 10% of coffee husks are required to cause alterations in consumer perception about adulterated beverages.

Keywords: coffee; adulteration; chemometrics.

INTRODUÇÃO

Fraudes em produtos alimentícios são relatadas há vários anos, ocorrendo principalmente nos produtos com alto valor agregado e com características físicas que favoreçam as adulterações.¹⁻³ Para o café é considerada como fraude a mistura, intencional ou não, de outros produtos, geralmente de custo inferior e que comprometa sua qualidade.⁴

O Brasil é o maior produtor e exportador de café e seu crescimento no mercado está associado à melhoria da qualidade do produto. A Instrução Normativa nº 16, de 24/5/2010, do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) visa a garantia da qualidade para o café torrado e moído, e estabelece como 1% o percentual máximo permitido em conjunto de impurezas (cascas e paus), sedimento (pedras, torrões e areia) e matérias estranhas (milho, centeio, açúcar, cevada, sementes de açaí, entre outras).⁵

Dentre as técnicas analíticas estudadas para emprego na identificação das adulterações em café torrado e moído destacam-se as análises cromatográficas, a microscopia e a espectroscopia no infravermelho.^{3,6,7} O processo convencional mais utilizado pelos laboratórios credenciados pela Associação Brasileira da Indústria do Café (ABIC) para identificação de adulterações em café torrado e moído consiste na análise de lâminas microscópicas preparadas com reagentes químicos, sendo a quantificação das impurezas baseada na comparação do percentual do extrato aquoso da amostra que está sendo analisada, com o extrato aquoso do café puro,⁸ e algumas análises físico-químicas tais como teor de umidade, resíduo mineral fixo, extrato etéreo e cafeína.

Em geral os métodos analíticos utilizados na identificação de amostras de café adulteradas são demorados, subjetivos e apresentam resultados muitas vezes discordantes.⁹

A técnica de espectroscopia na região do infravermelho próximo e médio tem sido utilizada como ferramenta analítica rápida e precisa

na determinação de diversos constituintes em alimentos^{7,10} e no seu controle de qualidade.¹¹⁻¹⁶ Esta técnica tem sido utilizada na detecção de adulteração em mel, leite, azeite e produtos cárneos.¹⁷⁻²⁰

Outros autores detectaram a presença de matérias estranhas em café solúvel utilizando espectroscopia na região do infravermelho médio, aplicando métodos quimiométricos.²¹

Os materiais mais utilizados para adulterar o café torrado e moído são milho, soja, centeio, cevada e açúcar caramelizado.^{4,22} Estes materiais quando adicionados no mesmo grau de torração do café têm sua detecção mascarada pela absorção do óleo e aderência das partículas mais finas de café torrado e moído às suas superfícies, tornando difícil o reconhecimento da adulteração sem o auxílio de métodos analíticos adequados.²³

Outro material que tem sido usado para adulterar o café são as suas próprias cascas, as quais representam cerca de 40% do fruto maduro e são geradas em grande volume durante o beneficiamento. A utilização das cascas tem sido objeto de vários estudos, os quais relatam que o destino deste resíduo deve ser criteriosamente estudado com o intuito de agregar valor ao produto e evitar seu uso inadequado, como no caso das fraudes.²⁴⁻²⁶

A adulteração dos produtos alimentícios pode trazer prejuízos ao consumidor quanto à sua qualidade sensorial. Assim, a análise sensorial constitui-se em uma ferramenta importante na determinação do grau de aceitação ou rejeição dos alimentos em diversas etapas do seu processamento.²⁷ Os testes de sensibilidade ou *thresholds* são utilizados para medir a capacidade dos provadores e determinar o ponto no qual concentrações de ingredientes podem ser detectadas e influenciarão na qualidade sensorial do alimento.²⁸

Neste trabalho, a espectroscopia na região do infravermelho médio associada a métodos quimiométricos foi utilizada para identificar adulteração em café torrado e moído pela adição de diferentes percentuais de cascas torradas do fruto do cafeeiro ao café tipo bebida dura. Avaliou-se, também, a percepção de provadores (consumidores) quanto às alterações da bebida causadas pela adulteração.

*e-mail: mansurtavares@yahoo.com.br

PARTE EXPERIMENTAL

Preparação das amostras

Utilizaram-se grãos de café arábica (*Coffea arabica* L.) bebida dura e cascas de café oriundas do processamento via seca (natural). As amostras foram torradas no ponto de torração médio escuro, utilizando o equipamento Probat BRZ-6, à temperatura média de 225 °C por aproximadamente 10 min para o café e 6-7 min para a casca. Em seguida foram moídas em moinho elétrico Pinhalense ML-1 e padronizadas em peneiras de 20 mesh.

Análise no infravermelho médio

Foram preparadas misturas de café e cascas nos percentuais 0 (controle para café); 0,5; 1; 2; 3; 6; 9; 12; 15; 18; 21; 24; 27; 30 e 100 (controle para casca); foram preparadas três pastilhas sem KBr para cada amostra com o auxílio de uma prensa hidráulica e cada pastilha foi analisada em triplicata, usando o espectrômetro FTS 3000, Digilab.

Os espectros foram obtidos por reflectância total atenuada (RTA) a 45° com cristal de seleneto de zinco na região espectral de 600 a 4.000 cm^{-1} .

Análises quimiométricas

Os dados espectrais foram organizados em uma matriz de dados X ($n \times p$), com p medidas experimentais (absorbância em cada número de onda) obtidas para n amostras.

Os espectros passaram por pré-processamento usando-se a correção multiplicativa de sinais, sendo em seguida centrados na média e submetidos à análise de componentes principais (*principal component analysis* – PCA).^{29,30}

A estimativa dos percentuais de cascas nas amostras foi obtida a partir da calibração multivariada através de análise de regressão por mínimos quadrados parciais (*partial least squares* – PLS), utilizando-se 2/3 das amostras para calibração e 1/3 para teste. Otimizou-se o modelo (escolha do número adequado de variáveis latentes) por validação cruzada, e os cálculos foram realizados em Matlab versão 7.5 (The Mathworks, Inc.).

Análise sensorial

A adulteração das amostras de café foi feita com 0, 6, 12, 18, 30 e 36% de cascas. A bebida foi preparada utilizando 70 g da amostra, 7,7 g (11% m/m) de açúcar e 1 L de água fervente a aproximadamente 90 °C. A análise sensorial foi realizada por 23 provadores selecionados por meio da análise sequencial de Wald com $\alpha = 0,10$ (probabilidade de aceitar um candidato sem acuidade sensorial), $\beta = 0,10$ (probabilidade de rejeitar um candidato com acuidade sensorial), $p_0 = 0,30$ (máxima inabilidade aceitável) e $p_1 = 0,70$ (mínima habilidade aceitável) em que se comparou a amostra padrão (0% de adulterante) com cada amostra adulterada. Os dados foram analisados utilizando a tabela de distribuição binomial para o teste triangular.³¹

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Análises por espectroscopia no infravermelho médio

Os espectros na região do infravermelho médio referente às amostras de café e casca antes de serem submetidas ao processo de torração (Figura 1) apresentaram bandas semelhantes. Entretanto, houve diferença nas bandas espectrais para as amostras de café e casca após a torração (Figura 2). O espectro referente à amostra de

casca apresentou bandas em 1022 cm^{-1} , característica de estiramento vibracional de C-O de alcoóis em carboidratos,⁹ e em 1603 cm^{-1} , característica de C=C de compostos aromáticos.³² No espectro da amostra de café também foram observadas bandas em 1742 cm^{-1} , característica de estiramento vibracional de ligação C=O para carbonila de lipídeos, ésteres alifáticos e ácidos carboxílicos;³² e em 1647 cm^{-1} , característica de estiramento vibracional de C=C de aldeídos. Bandas entre 2852 e 2923 cm^{-1} , características de vibrações simétricas e assimétricas de grupos C-H de carboidratos e cafeína, foram observadas no espectro do café, mas não foram detectadas no espectro da casca. Resultados semelhantes foram relatados por outros autores que utilizaram grãos de café defeituosos (PVA) para produção e caracterização de carvão ativado.³³

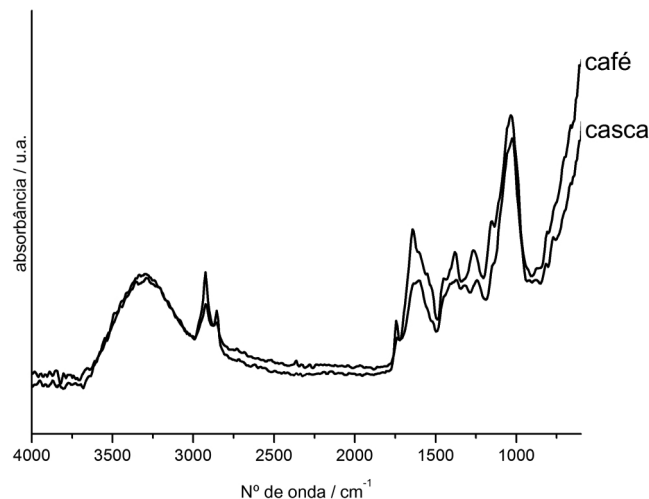


Figura 1. Espectros no infravermelho médio do café puro e da casca do fruto do cafeeiro antes do processo de torração

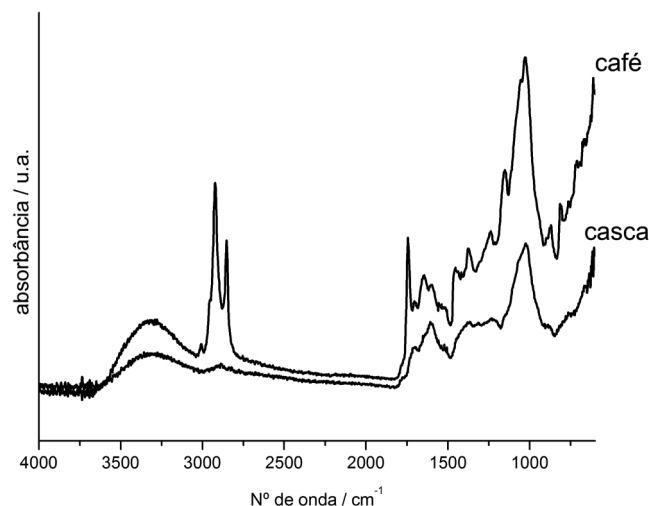


Figura 2. Espectros na região do infravermelho médio com RTA do café puro e da casca do fruto do cafeeiro após o processo de torração

A comparação dos espectros das amostras cruas, ou seja, antes do processo de torração (Figura 1), e dos espectros das amostras torradas (Figura 2) revela que após a torração houve uma diminuição e o quase desaparecimento dos sinais nas regiões entre 2852 e 2923 cm^{-1} no espectro da casca. Este fato pode ter ocorrido devido às reações de pirólise nas diferentes estruturas físicas da casca e do grão de café. A casca apresenta estrutura fina quando comparada ao café e, portanto, sua torração acontece de forma muito intensa, favorecendo a sua carbonização.

A análise visual dos espectros das amostras de café adulteradas (Figura 3) não permitiu detectar diferenças entre os mesmos, portanto, realizou-se análise de componentes principais dos espectros reflectância no modo RTA, com o intuito de separar as amostras de café puro e de café adulterado.

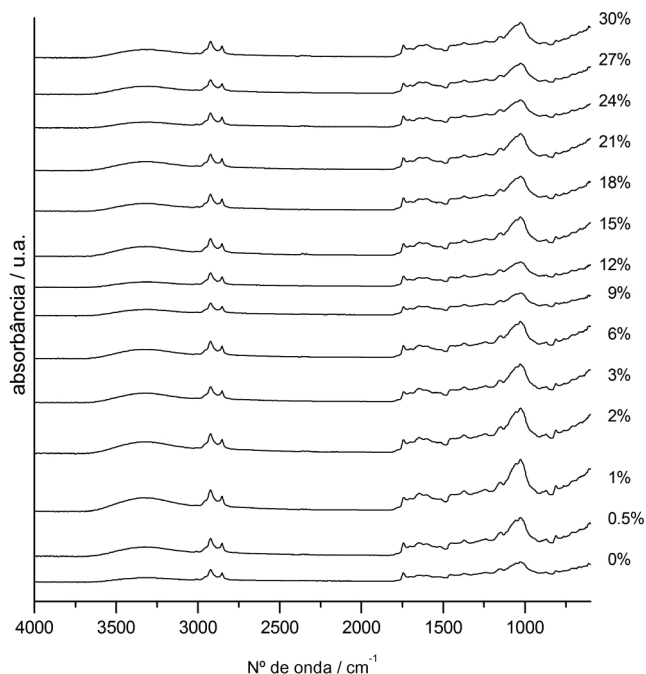


Figura 3. Espectros na região do infravermelho médio com RTA das amostras (a) café puro; (b-n) adulteradas

Discriminação das amostras adulteradas por PCA

O gráfico de escores (Figura 4) mostra que as duas primeiras componentes principais explicaram juntas 78,43% da variabilidade dos dados, onde 62,80% foram explicados pela primeira componente principal (CP1) e 15,63% pela segunda (CP2).

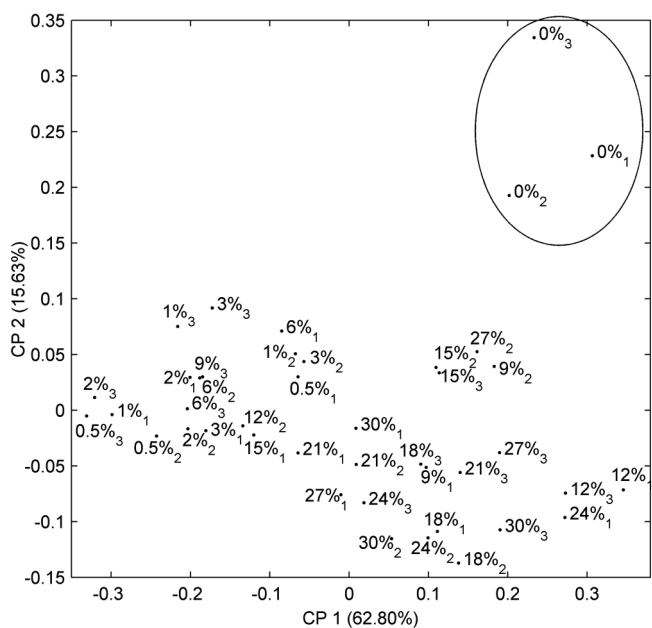


Figura 4. Gráfico de escores obtidos por PCA dos espectros de infravermelho das amostras de café adulteradas e não adulteradas. Os números subscritos correspondem às repetições

O gráfico dos escores mostra que ocorreu a separação das amostras. O café com 0% de casca (puro) foi perfeitamente discriminado das demais amostras adulteradas com os diferentes percentuais de casca. É importante observar que mesmo as amostras com baixos teores de casca (acima de 0,5%) foram discriminadas com eficiência, atendendo ao limite de 1,0% para a quantidade máxima de impurezas no café conforme estabelecido pela legislação.⁵ Houve uma tendência de agrupamento das amostras com maiores percentuais de casca na parte inferior direita e das amostras com menores percentuais na parte inferior esquerda do gráfico de escores, indicando uma possível correlação quantitativa entre a informação espectral e os teores de casca adicionados. A análise de componentes principais é extensamente empregada na avaliação da composição química do café. Trabalhos recentes relatam a sua utilização na discriminação de amostras de café torrado obtidas de frutos de diferentes estádios de maturação e tipos de processamentos pós-colheita através de sua composição volátil,³⁴ e a avaliação da composição volátil dos defeitos intrínsecos do café (preto, verde e ardido) para identificação de marcadores dos defeitos em relação aos grãos sadios.³⁵

A avaliação conjunta dos gráficos de escores (Figura 4) e pesos (Figura 5) mostra que os sinais da região entre 2800 e 3000 cm^{-1} e 1750 cm^{-1} foram os principais responsáveis pela discriminação das amostras de café com 0% de casca, uma vez que as informações sobre essas bandas e as amostras de café puro encontram-se em áreas equivalentes nos dois gráficos, ou seja, valores positivos em CP1 e CP2. Isso confirma a análise visual dos espectros da amostra de café sem adulterante e da casca pura após a torração (Figura 2), onde é verificada a presença dessas bandas apenas no espectro do café não adulterado. A banda em torno de 1750 cm^{-1} também se mostra mais intensa nas amostras de café torrado.

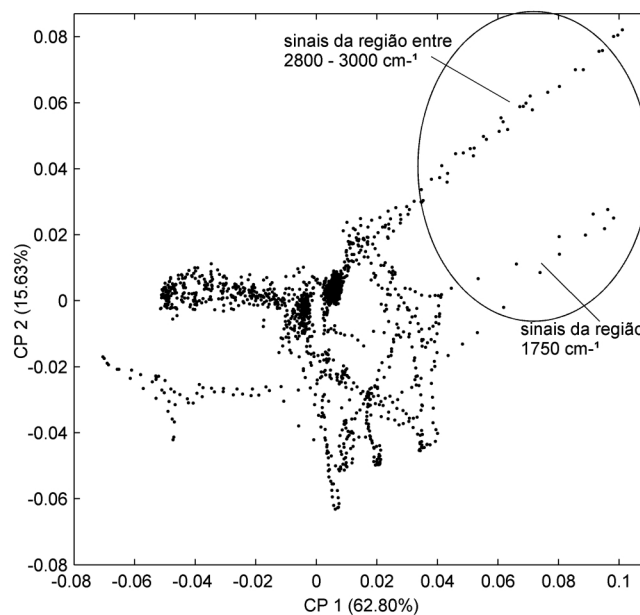


Figura 5. Gráfico de pesos obtidos por PCA (CP1 x CP2) dos espectros de infravermelho das amostras de café adulteradas e não adulteradas

Estimativa do percentual de cascas por PLS

A calibração multivariada por PLS foi aplicada aos dados espectrais para a obtenção de um modelo capaz de prever o percentual de cascas presente nas amostras adulteradas. A modelagem consistiu em calibrar os espectros de infravermelho das amostras adulteradas contra os respectivos percentuais de casca presentes. O modelo foi construído com 4 variáveis latentes, as quais foram estabelecidas

pelo erro médio quadrático (*root mean square error* – RMSE) de validação cruzada.

O gráfico de correlação entre os percentuais de casca previstos pelo modelo PLS e os valores esperados (Figura 6) mostrou boa correlação, tanto para as amostras de calibração, quanto para as amostras de teste. Os parâmetros estatísticos de desempenho do modelo PLS na estimativa do percentual de casca nas amostras de café adulteradas estão apresentados na Tabela 1 e mostram que foram obtidos valores de RMSE compatíveis com os percentuais de casca determinados nas amostras, sobretudo para as amostras de teste, que apresentaram um RMSE de 2%. Os valores de *r* (coeficiente de correlação) indicaram uma boa concordância entre os valores previstos e esperados, principalmente para as amostras de teste. Outros autores utilizaram a espectroscopia no infravermelho próximo associada a um modelo de calibração multivariada para prever o percentual de café robusta adicionado ao café arábica em amostras de café solúvel e encontraram um RMSE de 0,79% para as amostras de teste.³⁶

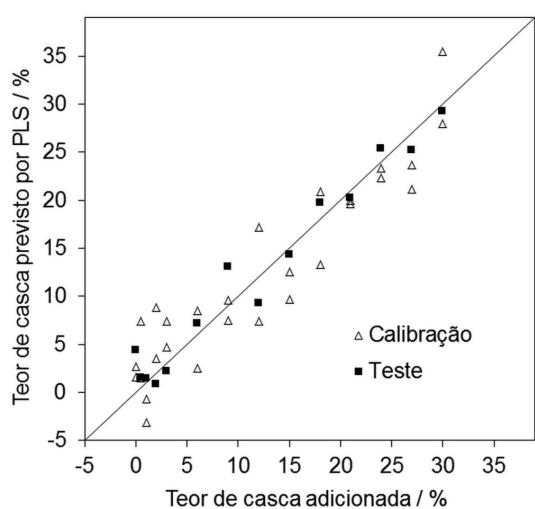


Figura 6. Correlação entre os percentuais de casca adicionados e previstos pelo modelo PLS para as amostras de café adulteradas

Tabela 1. Parâmetros de desempenho do modelo PLS com 4 variáveis latentes para estimativa do percentual de casca nas amostras adulteradas

| | Calibração | Validação cruzada | Teste |
|------|------------|-------------------|-------|
| RMSE | 3,66 | 5,20 | 2,03 |
| r | 0,934 | 0,860 | 0,981 |

Análise sensorial

Os percentuais de acerto dos provadores foram analisados de acordo com a tabela de nível de significância para teste triangular (ABNT)³⁷ e os resultados estão apresentados na Tabela 2. Diferenças foram detectadas comparando-se o café adulterado pela adição de cascas com café bebida dura, que apresenta sabor adstringente e áspero, sem paladares estranhos.³⁸ A amostra com 6% de casca apresentou percentual de acerto 30,43 (não significativa) e as amostras com 12 e 18% de casca foram identificadas com o mesmo percentual de acerto - 56,52 (significativo a 2%), ressaltando que as amostras com 30 e 36% de casca obtiveram um alto índice de acerto com nível de significância 0,5 e 0,1, respectivamente.

Cálculos realizados a partir da porcentagem de acertos (desconsiderando-se o acerto ao acaso) mostraram resultados em relação à variável *P*, possibilitando identificar o limiar de detecção de adulteração (*threshold*).³¹ A amostra com menor percentual de casca apresentou o valor de *P* negativo (menos que 33% dos provadores conseguiram

Tabela 2. Representação da porcentagem de acertos e o nível de significância do teste triangular

| Adulteração (%) | Acerto (%) | Diferença significativa (%) |
|-----------------|------------|-----------------------------|
| 6 | 30 | NS* |
| 12 | 56 | 2 |
| 18 | 56 | 2 |
| 30 | 66 | 0,5 |
| 36 | 76 | 0,1 |

*Diferença não significativa pela tabela do nível mínimo de julgamentos corretos para estabelecer significância a vários níveis de probabilidade.³⁵

detectar a amostra diferente) indicando que os provadores não identificaram a amostra com 6% de cascas.

Os resultados do Teste Triangular comparando café bebida dura com cafés adulterados com diferentes quantidades de casca estão apresentados na Figura 7 e mostram a porcentagem de provadores que identificaram a amostra diferente corretamente. A linha sólida representa a porcentagem de acertos ao acaso (33%), enquanto a linha tracejada indica o critério utilizado para a distribuição binomial para o Teste Triangular com 23 respostas com nível de 5% de significância.³⁹

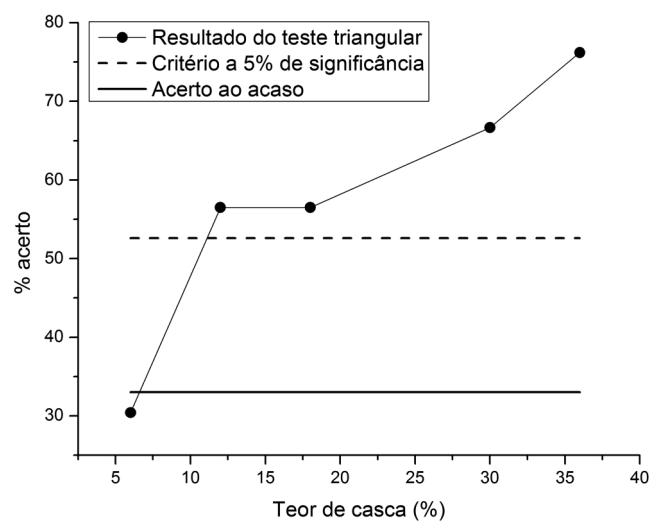


Figura 7. Resultado da análise sensorial de acordo com a distribuição binomial para o Teste Triangular em nível de 5% de significância

Observou-se que, a partir da adição de 10% de casca ao café arábica bebida dura foi possível detectar diferença significativa ($p < 0,05$) sensorial, quando comparado ao café sem adulterante, resultados estes obtidos de uma equipe sensorial selecionada com bom poder discriminativo. Outros autores relataram que 16% foram a porcentagem a partir da qual os consumidores começariam a identificar a presença de grãos defeituosos adicionados ao café estritamente mole.⁴⁰

CONCLUSÃO

A espectroscopia na região do infravermelho médio, associada a métodos quimiométricos possibilitou a identificação de amostras de café bebida dura adulteradas com cascas do fruto do cafeeiro por PCA e a estimativa quantitativa da adulteração por PLS. As quantidades mínimas detectáveis pelo método (0,5%) foram inferiores ao valor máximo (1,0%) de impurezas indicado pela legislação. As principais vantagens do método foram a redução do tempo de análise, menor manipulação das amostras e redução de resíduos químicos, quando comparado aos métodos convencionais.

Através do Teste Triangular foi possível determinar a quantidade mínima (10%) de cascas adicionadas aos grãos de café capaz de provocar o estímulo de detecção nos provadores que identificaram as alterações sensoriais causadas pela presença do adulterante.

Novas perspectivas a partir deste trabalho são estudos para detecção de adulteração do café com outros produtos, como milho e palha melosa, além da utilização de outros métodos quimiométricos para discriminação, como PLS-DA (Partial Least Squares – Discriminant Analysis) e SIMCA (Soft Independent Modelling of Class Analogies).

AGRADECIMENTOS

Ao Conselho Nacional de Pesquisas – CNPq pela concessão da bolsa de estudos. À Central de Análises e Prospecção Química (CAPO) da UFLA pelo suporte técnico; à FAPEMIG, FINEP E CAPES.

REFERÊNCIAS

1. Cordella, C.; Moussa, I.; Martel, A. C.; Sbirrazzuoli, N.; Lizzanicuvellier, L.; *J. Agric. Food Chem.* **2002**, *50*, 1751.
2. Fugel, R.; Carle, R.; Schieber, A.; *Trends Food Sci. Technol.* **2005**, *16*, 433.
3. Pauli, E. D.; Valderi, C.; Nixdorf, S. L.; *Quim. Nova* **2011**, *34*, 694.
4. Assad, E. D.; Sano, E. E.; Cunha, S. A. R.; Correa, T. B. S.; Rodrigues, H.; *R. Pesq. Agrop. Bras.* **2002**, *37*, 211.
5. http://www.mp.sp.gov.br/portal/page/portal/cao_consumidor/legislacao/leg_produtos_humano/IN-16-2010-MAPA.pdf, acessada em Abril 2011.
6. Amboni, R. D. M. C.; Francisco, A.; Teixeira, E.; *Ciênc. Tec. Alim.* **1999**, *19*, 3.
7. Morgano, M. A.; Faria, C. G.; Ferrão, M. F.; Ferreira, M. M. C.; *Quim. Nova* **2007**, *30*, 346.
8. Menezes Jr., J. B. F.; Bicudo, B. A. A.; *Rev. Inst. Adolfo Lutz* **1958**, *11*, 13.
9. Kemsley, E. K.; Ruault, S.; Wilson, R. H.; *Food Chem.* **1995**, *54*, 321.
10. Pillonel, L.; Luginbuhl, W.; Picque, D.; Schaller, E.; Tabachi, R.; Bosset, J. O.; *Eur. Food Res. Technol.* **2003**, *216*, 174.
11. Alessandrini, L.; Romani, S.; Pinnavaia, G.; Dalla Rosa, M.; *Chim. Anal. Acta* **2008**, *625*, 95.
12. Osborne, B. G.; Fearn, T.; *Near-infrared spectroscopy in food analysis*, Longman Scientific & Technical: Harlow, 1986.
13. Barton, F. E.; *Near-infrared technology in the agricultural and food industries*, American Association Cereal Chemists: St. Paul, 1987.
14. Parreira, T. F.; Ferreira, M. M. C.; Sales, H. J. S.; Almeida, W. B.; *Appl. Spectrosc.* **2002**, *56*, 1607.
15. Ferrão, M. F.; Carvalho, C. W.; Muller, E. I.; Davanzo, C. U.; *Ciênc. Tec. Alim.* **2004**, *24*, 333.
16. Ferrão, M. F.; Davanzo, C. U.; *Anal. Chim. Acta* **2005**, *540*, 411.
17. Toher, D.; Downey, G.; Murphy, T. B.; *Chemom. Intell. Lab. Syst.* **2007**, *89*, 102.
18. Kasemsumran, S.; Thanapase, W.; Kiatsoonthon, A.; *Anal. Sci.* **2007**, *23*, 907.
19. Ozen, B. F.; Mauer, L. J.; *J. Agric. Food Chem.* **2002**, *50*, 3898.
20. Jowder, O. A.; Defernez, M.; Kemsley, E. K.; Wilson, R. H.; *J. Agric. Food Chem.* **1999**, *47*, 3210.
21. Briandet, R.; Kemsley, E. K.; Wilson, R. H. J.; *Sci. Food Agri.* **1996**, *71*, 359.
22. Santos, M. C. S.; *Dissertação de Mestrado*, Universidade Federal de Lavras, Brasil, 2005.
23. Menezes, J. J. B. F.; *Rev. Inst. Adolfo Lutz* **1952**, *12*, 111.
24. Vegro, C. L. R.; Carvalho, F. C. de.; *Inform. Econ.* **1994**, *24*, 9.
25. Parra, A. R. P.; Moreira, I.; Furlan, A. C.; Paiano, P.; Scherer, C.; Carvalho, P. L. O.; *Rev. Bras. Zootec.* **2008**, *37*, 433.
26. Aretha, A. P. S.; *Dissertação de Mestrado*, Universidade Federal de Uberlândia, Brasil, 2009, disponível em <http://www.bdtu.ufu.br/tde/arquivos/19/TDE-2010-04-13T154324Z-1895/Publico/aretha.pdf>, acessada em Setembro 2011.
27. Della Lucia, S. M.; Minin, V. P. R. M.; Carneiro, J. D. S.; *Análise sensorial de alimentos. Estudos com consumidores*, Editora da UFV: Viçosa, 2006.
28. Meilgaard, M.; Civille, G. V.; Carr, B. T.; *Sensory evaluation techniques*, CRC: Boca Raton, 1999.
29. Decker, S.; Nielsen, P.; Martens, H.; *Appl. Spectrosc.* **2005**, *59*, 55.
30. Morgano, M. A.; Faria, C. G.; Ferrão, M. F.; Bragagnolo, N.; Ferreira, M. M. C.; *Cienc. Tecnol. Aliment.* **2008**, *28*, 12.
31. Prescott, J.; Norris, L.; Kunst, M.; Kim, S.; *Food Quality and Preference* **2005**, *16*, 345.
32. Moraes, S. A. L.; Aquino, F. J. T.; Chang, R.; Nascimento, E. A.; Oliveira, G. S.; Santos, N. C.; *Coffee Sci.* **2007**, *2*, 97.
33. Ramos, P. H.; Guerreiro, M. C.; Resende, E. C.; Gonçalves, M.; *Quim. Nova* **2009**, *32*, 1139.
34. Arruda, N. P.; Hovell, A. M. C.; Rezende, C. M.; *Quim. Nova* **2011**, *34*, 819.
35. Bandeira, R. D. C. C.; Toci, A. T.; Trugo, L. C.; Farah, A.; *Quim. Nova* **2009**, *32*, 309.
36. Pizarro, C.; Esteban-Díez, I.; González-Sáiz, J. M.; Forina, M.; *J. Agric. Food Chem.* **2007**, *55*, 7477.
37. Associação Brasileira de Normas Técnicas; *NBR 12995: análise sensorial de bebidas – terminologia*, ABNT: Rio de Janeiro, 1993.
38. http://www.abic.com.br/publique/media/CONS_leg_instnormativa08-03.pdf, acessada em Janeiro 2011.
39. Roessler, E. B.; Pangborn, R. M.; Sidel, J. L.; Stone, H.; *J. Food Sci.* **1978**, *43*, 940.
40. Deliza, R.; Gonçalves, A. M. O.; Farah, A.; Teixeira, A. A.; Barros, P. R. S.; *EMBRAPA* **2006**, *3* (Comun. Técn.), disponível em <http://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/417038/1/ct1022006.pdf>, acessada em Setembro 2011.