

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DA TERRA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA



Programa de Pós-Graduação
em Química



Estudo da estabilidade térmica de adoçantes naturais e artificiais

Rosimere Maria Lima Freire

Dissertação de Mestrado
Natal/RN, janeiro de 2010

Livros Grátis

<http://www.livrosgratis.com.br>

Milhares de livros grátis para download.

Rosimere Maria Lima Freire

Estudo da estabilidade térmica de adoçantes naturais e artificiais

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Química da Universidade Federal do Rio Grande do Norte, em cumprimento às exigências para obtenção do Título de Mestre em Química.

Orientadora: Profa. Dra. Maria de Fátima Vitória de Moura

**Natal, RN
2010**

Divisão de Serviços Técnicos

Catálogo da Publicação na Fonte. UFRN / Biblioteca Setorial de Química

Freire, Rosimere Maria Lima.

Estudo da estabilidade térmica de adoçantes naturais e artificiais/ Rosimere Maria Lima Freire. Natal, RN, 2010.
130 f.

Orientadora: Maria de Fátima Vitória de Moura

Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Centro de Ciências Exatas e da Terra. Programa de Pós-Graduação em Química.

1. Adoçantes naturais – Dissertação. 2. Adoçantes artificiais – Dissertação. 3. Estabilidade térmica – Dissertação. I. Moura, Maria de Fátima Vitória de. II. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. III. Título.

RN/UFRN/BSE- Química

CDU 664.162.81/82 (043)

ROSIMERE MARIA LIMA FREIRE

**ESTUDO DA ESTABILIDADE TÉRMICA DE ADOÇANTES NATURAIS E
ARTIFICIAIS**

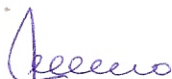
Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Química da Universidade Federal do Rio Grande do Norte, em cumprimento às exigências para obtenção do título de Mestre em Química.

Aprovada em: 11 de janeiro de 2010.

Comissão Examinadora:



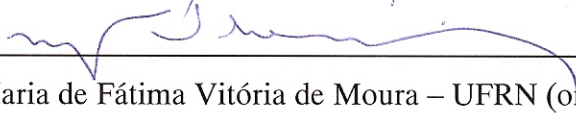
Dr. Henrique Eduardo Bezerra da Silva – UFRR



Dra. Dulce Maria de Araújo Melo – UFRN



Dr. Ótom Anselmo de Oliveira – UFRN



Dra. Maria de Fátima Vitória de Moura – UFRN (orientadora)

*Aos meus pais Antônio Serafim Freire e Maria
Lima Freire, por todo amor, carinho e apoio
dados ao longo dessa caminhada, a minha eterna
gratidão.*

AGRADECIMENTOS

A Deus, que em todos os momentos de minha vida está presente, me guiando com sua luz divina, meu mais sublime agradecimento.

A Profa. Dra. Maria de Fátima Vitória de Moura por todo incentivo, apoio, confiança, amizade e orientação no desenvolvimento dessa dissertação.

Aos meus familiares, pelo carinho, compreensão e incentivo em todos os momentos.

A Universidade Federal do Rio Grande do Norte e ao Programa de Pós-Graduação em Química.

Ao Programa de Aperfeiçoamento de Pessoal do Ensino Superior (CAPES) pelo apoio e suporte financeiro concedidos para a realização deste trabalho.

Ao Prof. Dr. Djalma Ribeiro da Silva, à Profa. Dra. Dulce Maria de Araújo Melo e à Profa. Dra. Márcia Rodrigues Pereira pela contribuição na realização da parte experimental.

A Profa. Dra. Elda Lisboa do Departamento de Bioquímica pela doação de padrões utilizados neste trabalho.

Aos alunos Rodrigo e Ângelo pela colaboração na obtenção dos resultados.

Aos meus amigos Aécia, Aline, Ana Carolina, Ângela, Antônio Marcos, Daniel, Denise, Emanuella, Genickson, Geovane, Janaina, Janaíne, Jeanne, Klécia, Leonardo, Patrícia, Pauline e Raquel pela amizade, apoio e companheirismo.

A todos os meus colegas do LAQUANAP e NEPEGN pela amizade e incentivo.

Enfim, a todos que contribuíram direta ou indiretamente, para a realização deste trabalho.

RESUMO

Os adoçantes proporcionam uma agradável sensação de doçura, que auxiliam na qualidade sensorial da dieta humana, os quais podem ser divididos em adoçantes naturais, como a frutose, galactose, glicose, lactose e sacarose; e artificiais, tais como aspartame, ciclamato e sacarina. Este trabalho teve como objetivo estudar a estabilidade térmica destes adoçantes em atmosferas de nitrogênio e ar sintético utilizando-se a Termogravimetria (TG), Termogravimetria Derivada (DTG), Análise Térmica Diferencial (DTA) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC). Entre os adoçantes naturais analisados verificou-se uma maior estabilidade térmica para a lactose e sacarose, que apresentaram temperaturas iniciais de decomposição térmica próximas de 220 °C, tendo a lactose vantagem por possuir um maior ponto de fusão (213 °C) em relação à sacarose (191 °C). A menor estabilidade térmica foi observada para a frutose, que apresentou o menor ponto de fusão (122 °C), assim como uma menor temperatura inicial de decomposição térmica (170 °C). Dos adoçantes artificiais estudados verificou-se uma maior estabilidade térmica para a sacarina sódica, que apresentou o maior ponto de fusão (364 °C), assim como a maior temperatura inicial de decomposição térmica (466 °C sob nitrogênio e 435 °C sob ar). A menor estabilidade térmica foi observada para o aspartame, com a menor temperatura inicial de decomposição térmica (158 °C sob nitrogênio e 170 °C sob ar). Para os adoçantes comerciais observou-se maior estabilidade térmica para os adoçantes L e C, os quais apresentaram temperaturas iniciais de decomposição térmica próximas de 220 °C e pontos de fusão próximos de 215 °C. A menor estabilidade térmica foi observada para o adoçante P, que apresentou temperatura inicial de decomposição em 160 °C e ponto de fusão em 130 °C. Os adoçantes B, D, E, I, J, N e O apresentaram baixa estabilidade térmica com as temperaturas iniciais de decomposição próximas de 160 °C, provavelmente devido à presença do aspartame, ainda que estes possuam como principal constituinte a lactose, que é o mais estável dos adoçantes naturais. De acordo com os resultados pôde-se perceber também que todos os adoçantes comerciais possuem em sua composição pelo ao menos um adoçante natural e sempre são encontrados em grandes proporções, sendo a lactose o principal constituinte de 60 % do total analisados.

Palavras chaves: Adoçantes naturais. Adoçantes artificiais. Estabilidade térmica.

ABSTRACT

Sweeteners provide a pleasant sensation of sweetness that helps the sensory quality of the human diet, can be divided into natural sweeteners such as fructose, galactose, glucose, lactose and sucrose, and artificial sweeteners such as aspartame, cyclamate and saccharin. This work aimed to study the thermal stability of natural and artificial sweeteners in atmospheres of nitrogen and synthetic air using thermogravimetry (TG), derivative thermogravimetry (DTG), Differential Thermal Analysis (DTA) and Differential Scanning Calorimetry (DSC). Among the natural sweeteners analyzed showed higher thermal stability for the lactose and sucrose, which showed initial decomposition temperatures near 220 ° C, taking advantage of the lactose has a higher melting point (213 ° C) compared to sucrose (191 ° C). The lower thermal stability was observed for fructose, it has the lowest melting point (122 °C) and the lower initial decomposition temperature (170 °C). Of the artificial sweeteners studied showed higher thermal stability for sodium saccharin, which had the highest melting point (364 ° C) as well as the largest initial decomposition temperature (466 ° C under nitrogen and 435 ° C in air). The lower thermal stability was observed for aspartame, which showed lower initial decomposition temperature (158 ° C under nitrogen and 170 ° C under air). For commercial sweeteners showed higher thermal stability for the sweeteners L and C, which showed initial temperature of thermal decomposition near 220 ° C and melting points near 215 ° C. The lower thermal stability was observed for the sweetener P, which showed initial decomposition temperature at 160 ° C and melting point of 130 °C. Sweeteners B, D, E, I, J, N and O had low thermal stability, with the initial temperature of decomposition starts near 160 °C, probably due to the presence of aspartame, even if they have as the main constituent of the lactose, which is the most stable of natural sweeteners. According to the results we could also realize that all commercial sweeteners are in its composition by at least a natural sweeteners and are always found in large proportions, and lactose is the main constituent of 60% of the total recorded.

Keywords: Natural sweeteners. Artificial sweeteners. Thermal stability

LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1	Estrutura da frutose.....	24
Figura 3.2	Estrutura da galactose.....	26
Figura 3.3	Estrutura da glicose.....	27
Figura 3.4	Estrutura da lactose.....	29
Figura 3.5	Estrutura da sacarose.....	30
Figura 3.6	Estrutura do Aspartame.....	32
Figura 3.7	Reações de decomposição do aspartame.....	33
Figura 3.8	Estrutura do Ciclamato de sódio.....	34
Figura 3.9	Estrutura da Sacarina Sódica.....	36
Figura 3.10	Componentes básicos de instrumentos de Análise Térmica.....	38
Figura 3.11	Esquema de um espectrofotômetro de FT-IR.....	42
Figura 5.1	Curvas TG, DTG e DTA do padrão de frutose em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹ ..	50
Figura 5.2	Curva DSC do padrão de frutose em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹ ..	51
Figura 5.3	Curvas TG, DTG e DTA do padrão de galactose em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	52
Figura 5.4	Curva DSC do padrão de galactose em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	53
Figura 5.5	Curvas TG, DTG e DTA do padrão de glicose em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹ ..	54
Figura 5.6	Curva DSC do padrão de glicose em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹ ..	56

Figura 5.7	Curvas TG, DTG e DTA do padrão de lactose em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹ ..	57
Figura 5.8	Curva DSC do padrão de lactose em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	59
Figura 5.9	Curvas TG, DTG e DTA do padrão de sacarose em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹ ..	60
Figura 5.10	Curva DSC do padrão de sacarose em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	61
Figura 5.11	Curvas TG, DTG e DTA do padrão de aspartame em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	62
Figura 5.12	Curva DSC do padrão de aspartame em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	64
Figura 5.13	Curvas TG, DTG e DTA para o padrão de ciclamato de sódio em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	65
Figura 5.14	Curva DSC do padrão de ciclamato de sódio em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	67
Figura 5.15	Curvas TG, DTG e DTA para o padrão de sacarina sódica em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	68
Figura 5.16	Curva DSC do padrão de sacarina sódica em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	70

Figura 5.17	Curvas TG, DTG e DTA do adoçante A em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10 °C.min ⁻¹	71
Figura 5.18	Curva DSC do adoçante A em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	73
Figura 5.19	Curvas TG, DTG e DTA do adoçante B em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	74
Figura 5.20	Curva DSC do adoçante B em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	76
Figura 5.21	Curvas TG, DTG e DTA do adoçante C em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	77
Figura 5.22	Curva DSC do adoçante C em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	79
Figura 5.23	Curvas TG, DTG e DTA do adoçante D em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	80
Figura 5.24	Curva DSC do adoçante D em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	82
Figura 5.25	Curvas TG, DTG e DTA do adoçante E em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	83
Figura 5.26	Curva DSC do adoçante E em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	85
Figura 5.27	Curvas TG, DTG e DTA do adoçante F em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	86

Figura 5.28	Curva DSC do adoçante F em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	87
Figura 5.29	Curvas TG, DTG e DTA do adoçante G em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	88
Figura 5.30	Curva DSC do adoçante G em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	90
Figura 5.31	Curvas TG, DTG e DTA do adoçante H em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	91
Figura 5.32	Curva DSC do adoçante H em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	93
Figura 5.33	Curvas TG, DTG e DTA do adoçante I em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	94
Figura 5.34	Curva DSC do adoçante I em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	96
Figura 5.35	Curvas TG, DTG e DTA do adoçante J em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	97
Figura 5.36	Curva DSC do adoçante J em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	98
Figura 5.37	Curvas TG, DTG e DTA do adoçante L em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	99
Figura 5.38	Curva DSC do adoçante L em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	101

Figura 5.39	Curvas TG, DTG e DTA do adoçante M em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹ ..	102
Figura 5.40	Curva DSC do adoçante M em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	103
Figura 5.41	Curvas TG, DTG e DTA do adoçante N em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	105
Figura 5.42	Curva DSC do adoçante N em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	106
Figura 5.43	Curvas TG, DTG e DTA do adoçante O em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	107
Figura 5.44	Curva DSC do adoçante O em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	109
Figura 5.45	Curvas TG, DTG e DTA do adoçante P em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	110
Figura 5.46	Curva DSC do adoçante P em atmosfera de N ₂ , vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹	111
Figura 5.47	Curvas TG, DTG e DTA do padrão de (SiO ₂) em atmosferas de N ₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min ⁻¹ , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min ⁻¹ ..	112
Figura 5.48	Espetros de absorção na região do infravermelho da frutose, galactose, glicose, lactose e sacarose.....	114
Figura 5.49	Espetros de absorção na região do infravermelho do aspartame, ciclamato de sódio e sacarina sódica.....	116
Figura 5.50	Espetros de absorção na região do infravermelho dos adoçantes comerciais D e E.....	117

LISTA DE TABELAS

Tabela 5.1	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do padrão de frutose em atmosfera de N ₂ e ar.....	50
Tabela 5.2	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do padrão de galactose em atmosfera de N ₂ e ar.....	53
Tabela 5.3	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do padrão de glicose em atmosfera de N ₂ e ar.....	55
Tabela 5.4	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do padrão de lactose em atmosfera de N ₂ e ar.....	58
Tabela 5.5	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do padrão de sacarose em atmosfera de N ₂ e ar.....	60
Tabela 5.6	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do padrão de aspartame em atmosfera de N ₂ e ar.....	63
Tabela 5.7	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do padrão de ciclamato de sódio em atmosfera de N ₂ e ar.....	66
Tabela 5.8	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do padrão de sacarina sódica em atmosfera de N ₂ e ar.....	69
Tabela 5.9	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante A em atmosferas de N ₂ e ar.....	71
Tabela 5.10	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante B em atmosfera de N ₂ e ar.....	75
Tabela 5.11	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante C em atmosfera de N ₂ e ar.....	77
Tabela 5.12	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante D em atmosfera de N ₂ e ar.....	80
Tabela 5.13	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante E em atmosfera de N ₂ e ar.....	84
Tabela 5.14	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante F em atmosfera de N ₂ e ar.....	86
Tabela 5.15	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante G em atmosfera de N ₂ e ar.....	89

Tabela 5.16	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante H em atmosfera de N ₂ e ar.....	91
Tabela 5.17	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante I em atmosfera de N ₂ e ar.....	95
Tabela 5.18	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante J em atmosfera de N ₂ e ar.....	97
Tabela 5.19	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante L em atmosfera de N ₂ e ar.....	99
Tabela 5.20	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante M em atmosfera de N ₂ e ar.....	103
Tabela 5.21	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante N em atmosfera de N ₂ e ar.....	105
Tabela 5.22	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante O em atmosfera de N ₂ e ar.....	108
Tabela 5.23	Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante P em atmosfera de N ₂ e ar.....	110

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	18
2	OBJETIVOS.....	22
2.1	GERAIS.....	22
2.2	ESPECÍFICOS.....	22
3	REVISÃO DA LITERATURA.....	24
3.1	ADOÇANTES NATURAIS.....	24
3.1.1	Frutose.....	24
3.1.2	Galactose.....	26
3.1.3	Glicose.....	27
3.1.4	Lactose.....	28
3.1.5	Sacarose.....	29
3.2	ADOÇANTES ARTIFICIAIS.....	31
3.2.1	Aspartame.....	31
3.2.2	Ciclamato de sódio.....	34
3.2.3	Sacarina sódica.....	36
3.3	ANÁLISE TÉRMICA.....	37
3.3.1	Termogravimetria (TG).....	38
3.3.1.1	Termogravimetria Derivada (DTG).....	39
3.3.2	Análise Térmica Diferencial (DTA).....	39
3.3.3	Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).....	40
3.4	ESPECTROSCOPIA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO (IR) – MÉDIO.....	41
4	PARTE EXPERIMENTAL.....	44
4.1	MATERIAIS E MÉTODOS.....	44
4.1.1	Padrões.....	44
4.1.2	Materiais e Reagentes.....	45
4.1.3	Equipamentos.....	45
4.2	AMOSTRAGEM.....	45
4.2.1	Definição das amostras.....	45

4.3	METODOLOGIA.....	46
4.3.1	Termogravimetria e Análise Térmica Diferencial (TG/DTA).....	46
4.3.2	Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC).....	47
4.3.3	Espectroscopia na região do infravermelho (FT-IR) – Médio.....	47
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	49
5.1	ANÁLISE TÉRMICA.....	49
5.1.1	Análise TG, DTG, DTA e DSC dos adoçantes naturais.....	49
5.1.1.1	Análise TG, DTG e DTA do padrão de frutose.....	49
5.1.1.2	Análise DSC do padrão de frutose.....	51
5.1.1.3	Análise TG, DTG e DTA do padrão de galactose.....	51
5.1.1.4	Análise DSC do padrão de galactose.....	53
5.1.1.5	Análise TG, DTG e DTA do padrão de glicose.....	54
5.1.1.6	Análise DSC do padrão de glicose.....	55
5.1.1.7	Análise TG, DTG e DTA do padrão de lactose.....	56
5.1.1.8	Análise DSC do padrão de lactose.....	58
5.1.1.9	Análise TG, DTG e DTA do padrão de sacarose.....	59
5.1.1.10	Análise DSC do padrão de sacarose.....	61
5.1.2	Análise TG, DTG, DTA e DSC dos adoçantes artificiais.....	61
5.1.2.1	Análise TG, DTG e DTA do padrão de aspartame.....	61
5.1.2.2	Análise DSC do padrão de aspartame.....	64
5.1.2.3	Análise TG, DTG e DTA do padrão de ciclamato de sódio.....	65
5.1.2.4	Análise DSC do padrão de ciclamato de sódio.....	66
5.1.2.5	Análise TG, DTG e DTA do padrão de sacarina sódica.....	67
5.1.2.6	Análise DSC do padrão de sacarina sódica.....	69
5.1.3	Análise TG, DTG, DTA e DSC dos adoçantes comerciais.....	70
5.1.3.1	Análise TG, DTG e DTA do adoçante A.....	70
5.1.3.2	Análise DSC do adoçante A.....	72
5.1.3.3	Análise TG, DTG e DTA do adoçante B.....	73
5.1.3.4	Análise DSC do adoçante B.....	75
5.1.3.5	Análise TG, DTG e DTA do adoçante C.....	76
5.1.3.6	Análise DSC do adoçante C.....	78
5.1.3.7	Análise TG, DTG e DTA do adoçante D.....	79

5.1.3.8	Análise DSC do adoçante D.....	81
5.1.3.9	Análise TG, DTG e DTA do adoçante E.....	82
5.1.3.10	Análise DSC do adoçante E.....	84
5.1.3.11	Análise TG, DTG e DTA do adoçante F.....	85
5.1.3.12	Análise DSC do adoçante F.....	87
5.1.3.13	Análise TG, DTG e DTA do adoçante G.....	87
5.1.3.14	Análise DSC do adoçante G.....	90
5.1.3.15	Análise TG, DTG e DTA do adoçante H.....	90
5.1.3.16	Análise DSC do adoçante H.....	92
5.1.3.17	Análise TG, DTG e DTA do adoçante I.....	93
5.1.3.18	Análise DSC do adoçante I.....	95
5.1.3.19	Análise TG, DTG e DTA do adoçante J.....	96
5.1.3.20	Análise DSC do adoçante J.....	98
5.1.3.21	Análise TG, DTG e DTA do adoçante L.....	98
5.1.3.22	Análise DSC do adoçante L.....	100
5.1.3.23	Análise TG, DTG e DTA do adoçante M.....	101
5.1.3.24	Análise DSC do adoçante M.....	103
5.1.3.25	Análise TG, DTG e DTA do adoçante N.....	104
5.1.3.26	Análise DSC do adoçante N.....	106
5.1.3.27	Análise TG, DTG e DTA do adoçante O.....	106
5.1.3.28	Análise DSC do adoçante O.....	108
5.1.3.29	Análise TG, DTG e DTA do adoçante P.....	109
5.1.3.30	Análise DSC do adoçante P.....	111
5.1.4	Análise TG, DTG e DTA do dióxido de silício.....	111
5.2	ESPECTROSCOPIA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO (FT-IR) - MÉDIO (IV).....	112
5.2.1	Análise FT-IR dos adoçantes naturais.....	113
5.2.2	Análise FT-IR dos adoçantes artificiais.....	115
5.2.3	Análise FT-IR dos adoçantes comerciais D e E.....	116
6	CONCLUSÕES.....	119
	REFERÊNCIAS.....	122

1 INTRODUÇÃO

1 INTRODUÇÃO

Os adoçantes proporcionam uma agradável sensação de doçura que auxilia na qualidade sensorial da dieta humana. Estes podem ser divididos em adoçantes naturais (nutritivos), ou seja, fornecem energia, como os açúcares; e adoçantes artificiais (não-nutritivos), os quais não fornecem energia, tais como aspartame, ciclamato, sacarina, entre outros (DUFFY; SIGMAN-GRANT, 2004, p. 255-275).

Segundo Davis (1995, p. 170), os açúcares são carboidratos adicionados aos alimentos devido as suas propriedades físicas, químicas, biológicas e sensoriais. São essenciais nos processos fisiológicos, atuando não somente como material básico para fornecer energia, como desempenhando um papel importante na configuração das moléculas biológicas (YUCHENG et al., 2003, p. 37).

Os carboidratos são compostos que contêm carbono, hidrogênio e oxigênio, os quais são divididos em monossacarídeos, que são formados por uma molécula de açúcar, sendo os mais conhecidos, frutose, galactose e glicose; dissacarídeos, que são formados pela combinação de duas moléculas de açúcares, tendo como mais populares a lactose e a sacarose; e polissacarídeos, onde várias moléculas de açúcares são ligadas entre si, tais como fibras e amido (BRAY et al., 2004, p. 537).

Apesar de serem indispensáveis na dieta humana por desempenharem funções importantes para o funcionamento do corpo, o excessivo consumo de açúcares tem sido apontado como possível causador de vários problemas crônicos de saúde, como obesidade e doenças do coração (WILLETT, 1998, p. 218).

Nos últimos anos, a preocupação com a saúde e a qualidade de vida tem levado à busca por alimentos mais saudáveis, diminuindo assim o consumo de produtos contendo açúcar, gordura e sal; e, com isso, reduzir os riscos de doenças (PINHEIRO, 2005, p. 193).

A substituição da sacarose (açúcar comum) nos produtos alimentares, por substâncias não calóricas deve ser feita de modo que as características e principalmente a doçura sejam bastante próximas às da sacarose (CARDOSO et al., 2004, p. 448). Daí a necessidade do uso de aditivos alimentares, como os edulcorantes, que também possuem poder adoçante, e em alguns casos até superior ao da sacarose, porém possuem baixo poder calórico ou isenção total de açúcar (ANVISA, 2007).

De acordo com a Secretaria de Vigilância Sanitária, Portaria nº 540/MS, de 27 de setembro de 1997, os edulcorantes são substâncias diferentes dos açúcares que conferem o sabor doce aos alimentos (BRASIL, 1997). A doçura é algo subjetivo e depende de vários fatores como concentração do edulcorante, pH, temperatura de consumo do produto, outros ingredientes contidos no produto e a sensibilidade do paladar de cada indivíduo (ALTSCHUL, 1993, p. 275).

Cada edulcorante possui suas próprias características, como estabilidade em soluções ácidas ou básicas, estabilidade em uma ampla faixa de temperatura e alta solubilidade em água. Estes não podem ser tóxicos e devem ser naturalmente metabolizados ou eliminados pelo organismo (CAPITAN-VALLVEY, 2006, p. 385). Uma mistura de um ou mais edulcorantes, com ou sem nutriente, que proporcione o sabor doce aos alimentos é classificada como adoçante (CARVALHO, 2007, p. 2)

Os adoçantes artificiais são utilizados em produtos dietéticos, expandindo opções de alimentos e bebidas em dietas com restrição de açúcar, bem como o uso na indústria de cosméticos e produtos farmacêuticos (CARDELLO, 1999, p. 119; O'BRIEN, 2001, p. 2).

No Brasil, assim com em muitos países, há um grande número de adoçantes permitidos, porém nos Estados Unidos e em outros países, o consumo de alguns é proibido devido a possíveis danos à saúde, apesar de não ser cientificamente comprovado (GARNIER-SAGNE et al., 2001, 745).

O Joint Expert Committee on Food Additives (JECFA) determinou um valor de ingestão diária permitida (por kg de massa corporal), que varia para cada edulcorante: 40 mg para o aspartame, 11 mg para o ciclamato de sódio e 5 mg para a sacarina sódica (ARMENTA, 2004, p. 149).

Devido à procura do consumidor por produtos contendo quantidades menores de açúcar, os substitutos deste têm ganhado atenção especial, fazendo com que haja um aumento no desenvolvimento de novos produtos livres de açúcar. Assim, o consumo de adoçantes artificiais vem crescendo cada vez mais (OZDEMIR et al., 1998, p. 439).

Desde a década de 80, os produtos dietéticos têm provocado mudanças no mercado mundial, onde houve um crescimento acentuado do setor “light”, de um modo geral, passando de US\$ 160 milhões em 1990 para US\$ 2,2 bilhões em 2000 (OLIVEIRA et al., 2004, p. 627). Como resultado desta demanda, a indústria alimentícia tem inovado seus produtos para suprir a necessidade da população. Normalmente fazem uso de uma mistura de adoçantes artificiais para que possam ser utilizadas em pequenas quantidades, proporcionando a redução

de custos e melhorias sensoriais (CAPITAN-VALLVEY et al., 2006, 385; TOZETTO et al., 2007, p. 723).

As técnicas termoanalíticas são bastante utilizadas na caracterização de alimentos, pois fatores cinéticos como tempo e temperatura provocam a decomposição térmica, formando novas substâncias, ausentes na composição original, que podem ser nocivas a saúde. Ao submeter uma amostra ao calor, esta pode sofrer alguns fenômenos, como a decomposição de carboidratos e a oxidação das proteínas (SANTOS et al., 2004, p. 419). Portanto, há uma necessidade cada vez maior de estudos sobre os diversos componentes dos alimentos, visto que durante o processamento industrial é possível ocorrer interações químicas, sendo necessário o uso de metodologias que ajudem no controle de qualidade destes produtos (CONCEIÇÃO, 2005, p. 163).

A análise térmica é uma importante técnica de caracterização de produtos alimentícios por prover dados analíticos que ajudam a aperfeiçoar os processos industriais. Além disso, os métodos termoanalíticos como a termogravimetria (TG), análise térmica diferencial (DTA) e calorimetria exploratória diferencial (DSC) possuem vantagens na utilização de pequenas quantidades de amostras e redução no tempo de análise (SILVA et al., 1999, p. 177).

Neste trabalho foram analisados adoçantes naturais e artificiais com o objetivo de estudar suas estabilidades térmicas. Para isto, utilizaram-se as técnicas termoanalíticas TG, DTA e DSC.

2 OBJETIVOS

2 OBJETIVOS

2.1 GERAIS

Avaliar a estabilidade térmica de adoçantes naturais e artificiais utilizando os métodos termoanalíticos TG, DTA e DSC.

2.2 ESPECÍFICOS

- Obter curvas de análise térmica de adoçantes naturais e artificiais;
- Avaliar perfis de decomposição térmica de adoçantes naturais e artificiais;
- Estudar a influência da atmosfera sobre os perfis das curvas de análise térmica de adoçantes naturais e artificiais;
- Obter medidas de DSC para o cálculo de calor para os diversos eventos térmicos;
- Utilizar análise por infravermelho para caracterizar as substâncias.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 ADOÇANTES NATURAIS

3.1.1 Frutose

A frutose é um monossacarídeo encontrado na maioria das plantas e no organismo humano, isolada pela primeira vez em 1847 a partir da cana-de-açúcar. Recebeu este nome por ser originária da palavra latina fructus, visto que as frutas são fontes importantes de frutose. É um composto sólido, incolor, cristalino e solúvel em água (BARREIROS et al., 2005, p. 378). Sua fusão ocorre entre 117 e 121 °C (ALDRICH, 2000-2001, p. 840). A estrutura da frutose pode ser observada na Figura 3.1.

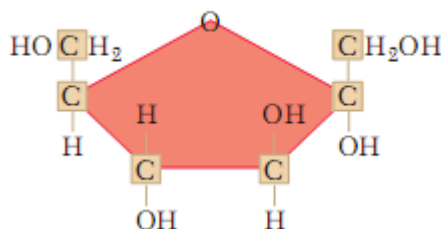


Figura 3.1 - Estrutura da frutose

A frutose é absorvida lentamente pelo intestino permanecendo o excesso por prolongados períodos de tempo. Cerca da metade é consumida pelo fígado e rim; a outra parte é dividida para outros tecidos, tais como adiposo, músculo e cérebro. Porém, a importância do metabolismo da frutose nestes ou em outros tecidos é desconhecida (FUNARI et al., 2007, p. 130). Sua absorção é mais baixa do que a da galactose e glicose, porém mais rápida do que as do açúcar de álcool (SIGMAN-GRANT; MORITA, 2003, p. 818).

Existem vários alimentos contendo este açúcar, os quais são consumidos em todo o mundo e, apesar de ativar os hormônios que estão ligados à estimulação do apetite, o que o torna suspeito quanto ao favorecimento no ganho de peso, este não ativa a secreção de insulina e leptina (TEFF et al., 2004, p. 2963). Além disso, a frutose possui uma estrutura

química semelhante à da glicose, e não necessita da insulina para o seu metabolismo, o que a torna um possível substituto da glicose na dieta dos diabéticos (BARREIROS et al., 2005, p. 378). Entretanto, um alto consumo de frutose causa efeitos colaterais como sofrimento gastrointestinal, hiperuricemia e acidose láctica, devido a sua incapacidade de ser processada em grandes quantidades (BEYER, 2005, p. 1559; FUNARI et al., 2007, p. 130). Seu excesso acarreta também um aumento de lipídios no sangue. Portanto seu uso deve ser limitado, principalmente por pessoas susceptíveis a problemas cardíacos.

Desde a década de 60, a importância da frutose na dieta humana vem aumentando, apesar do seu processo completo de metabolismo ainda ser desconhecido. Esta crescente elevação no seu consumo pode ser responsável pelo aumento da obesidade nas culturas ocidentais, que afeta a qualidade de vida das pessoas e está associado a doenças como diabetes tipo II, hipertensão, hiperlipidemia e doenças do coração (COX, 2002, p. 487).

A maior parte da frutose contida nos alimentos é proveniente do xarope de milho rico em frutose. A produção deste adoçante é realizada ao modificar o amido extraído do milho para produzir um xarope possuindo cerca de metade glicose e metade frutose. O xarope de milho com elevada concentração de frutose é mais doce e mais barato que o açúcar de mesa, (BRAY et al., 2004, p. 537) sendo portanto um dos mais utilizados pela indústria alimentícia em substituição a sacarose (BEYER, 2005, p. 1559; CESARETTI; KOHLMANN JUNIOR., 2006, p. 194).

A frutose é usada como aditivo em produtos comerciais como, adoçantes, refrigerantes e alimentos feitos com o xarope de milho, tais como, cereais do café da manhã, sucos e alimentos pré-preparados (NI, 2003, p. 53; BRAY et al., 2004, p. 538).

O aumento no seu consumo, entre outras vantagens, se dá devido a alguns fatores como alto poder adoçante (cerca de 1,7 vezes mais que a sacarose), grande solubilidade em soluções aquosas, baixo custo, propriedades funcionais que melhoram o sabor, a cor e a estabilidade do produto e sinergismo com outros adoçantes, tais como sacarose e alguns adoçantes artificiais (HALLFRISCH, 1990, p. 2653). Porém, apesar de apresentar diversas vantagens na sua utilização em produtos alimentares, devem-se levar em consideração as mudanças físicas ou químicas que podem ocorrer caso os produtos sejam aquecidos ou até mesmo cozidos (DAVIS, 1995, p. 170).

3.1.2 Galactose

A galactose é um monossacarídeo produzido a partir da lactose através das hidrólises dos processos digestivos, não sendo encontrado livre na natureza. Sua combinação com a glicose forma a lactose na mulher quando está produzindo o leite materno. Para esta síntese, a quantidade necessária de galactose para o corpo humano é obtida pela conversão da D-glicose em D-galactose (HILL et al., 1993, p. 487; MAHAN, ARLIN, 1994, p. 31).

A galactose na temperatura ambiente é um sólido cristalino, bastante solúvel em água. Sua fusão ocorre entre 171 e 174 °C (ALDRICH, 2000-2001, p. 847). A estrutura desta pode ser observada na Figura 3.2.

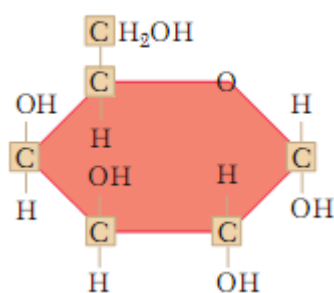


Figura - 3.2 Estrutura da galactose

É um constituinte importante dos glicolipídeos que ocorrem no cérebro e nas células nervosas (HILL et al., 1993, p. 487). No fígado, este carboidrato é rapidamente convertido em uridina difosfoglicose, podendo ser incorporado ao glicogênio ou ser convertido em glicose-1-fosfato e assim ser metabolizado pelo percurso da glicose (MAHAN; ARLIN, 1994, p. 35).

A ausência de uma enzima no fígado capaz de converter a galactose em glicose aumenta os níveis de galactose no sangue. Isto é resultado de uma doença genética chamada galactosemia. A galactose presente no leite materno ou animal e em seus derivados não é metabolizada no organismo das pessoas que possuem esta doença, ficando acumulada na urina, no sangue e nos tecidos causando vômitos, diarreia, convulsões, retardo mental, catarata, entre outros. A doença normalmente surge nos primeiros dias de vida após a ingestão das primeiras mamadas. Se não reconhecida durante o período neonatal, a doença pode produzir danos ao fígado, rins, cérebro e olhos. O tratamento pode ser feito apenas retirando de suas dietas os alimentos contendo a galactose (GENETICS HOME REFERENCE, 2008).

3.1.3 Glicose

A glicose também conhecida como dextrose é um monossacarídeo de grande importância para as funções cerebrais, o qual é produzido por plantas através do processo de fotossíntese, que utiliza a energia solar para combinar dióxido de carbono e água, formando a glicose. Assim como a galactose, a glicose dificilmente ocorre isolada nos alimentos, sendo encontrado mais frequentemente como parte de um dissacarídeo ou amido (MAHAN; ARLIN, 1994, p. 30). Sua estrutura pode observada na Figura 3.3.

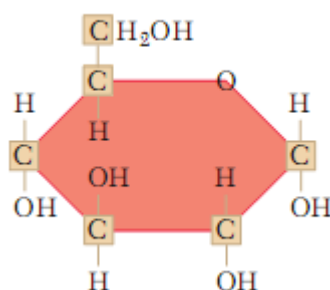


Figura 3.3 - Estrutura da glicose

Este monossacarídeo é encontrado no milho doce, xarope de milho e nas frutas, principalmente nas uvas maduras sendo, portanto referida normalmente como açúcar da uva. Possui poder adoçante de 74 % em relação à sacarose e é comercialmente produzido pela hidrólise do amido (HILL et al., 1993, p. 483). Sua fusão ocorre entre 156 e 158 °C (POUCHERT, 1981, p. 115).

A glicose é o principal produto de hidrólise dos carboidratos mais complexos no sistema digestivo. Uma grande parte dos carboidratos ingeridos pelo organismo é convertida a glicose através de percursos metabólicos que produzem energia para as células. É considerado o carboidrato circulante dos animais, por isso também é conhecido como açúcar do sangue, que possui cerca 0,08 % de glicose (HILL et al., 1993, p. 483; MAHAN, ARLIN, 1994, p. 31).

É o combustível principal do cérebro, mas não é estocado no cérebro. Após a absorção no trato gastrointestinal, a glicose é carregada na corrente sanguínea para o fígado, cérebro e outros tecidos (D'ANCI et al., 2009, p. 96).

A glicose entra nas células por um mecanismo de transporte (Glut-4) que é dependente de insulina em quase todos os tecidos. A insulina ativa o receptor insulina, que aumenta a densidade dos transportadores da glicose sobre a superfície das células, facilitando a entrada da glicose. Uma vez dentro da célula, a glicose é fosforilada, onde o metabolismo intracelular da glicose inicia (BROWN, 2000, p. 242; BRAY et al., 2004, p. 538).

Este carboidrato é estocado em quantidades restritas na forma de glicogênio no músculo e fígado, sendo o glicogênio convertido a glicose e liberado na corrente sanguínea quando necessário. Como o corpo não possui amplos estoques de glicogênio, pois são consumidos em um ou dois dias, uma fonte de dieta permanente de carboidratos deve repor estes estoques. Portanto, devido à necessidade fisiológica primária por glicose junto às células cerebrais, estabeleceu-se recentemente um requerimento médio estimado de carboidratos para crianças e adultos em 130 gramas por dia (SIGMAN-GRANT; MORITA, 2003, p. 818; D'ANCI et al., 2009, p. 97).

Os níveis de glicose no sangue são rigorosamente controlados pela insulina e por outros hormônios, pois se não forem produzidos normalmente ou se o corpo não responder a estes hormônios, os níveis de glicose no sangue poderão aumentar consideravelmente acarretando o Diabetes mellitus ou diminuir bastante levando a hipoglicemia sendo, portanto necessários tratamentos que controlem estes níveis (NATIONAL DIABETES STATISTICS, 2005).

3.1.4 Lactose

A lactose (4-O-(β -D-galactopiranozil)-D-glicose), mas conhecida como açúcar do leite é um dissacarídeo apresentado sob a forma de cristais brancos cristalinos. Não é higroscópica, possui baixa solubilidade em água e álcool, é insolúvel em éter e clorofórmio (SILVA, 2002, p. 13) e sua fusão se dá em 201,2 °C (LIDE, 1991-1992, p. 3-305).

Este açúcar é encontrado no leite dos mamíferos no estado de lactação em diferentes teores o qual é responsável pelo seu sabor levemente doce, sendo o único dos açúcares não encontrado nas plantas. Sua estrutura está representada na Figura 3.4.

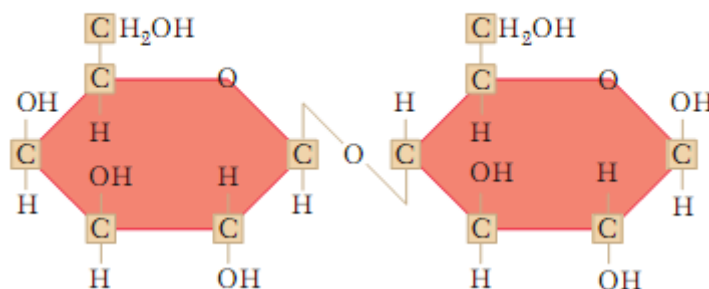


Figura 3.4 - Estrutura da lactose

A lactose promove a absorção e retenção do cálcio no intestino, assim como a absorção do magnésio e do manganês. Esta não é tolerada por parte da população humana que não possui a lactase, enzima digestiva que geralmente hidrolisa a lactose para ser absorvida no intestino como galactose e glicose. Caso isso não aconteça, a lactose pode ser fermentada causando distensões, desconfortos e até diarreias.

Apesar das desvantagens e de possuir poder adoçante bastante fraco, cerca de um sexto do poder adoçante da sacarose (MAHAN, ARLIN, 1994, p. 33; CARMINATTI, 2001, p. 11,12), a lactose vem sendo utilizada para ajustar sabores e diluir aditivos (NI, 2003, p. 53), destacando-se como um dos excipientes mais utilizados nos produtos alimentares, por apresentar rápida dissolução, boa compressibilidade, baixa reatividade química e não ser higroscópica (CURY et al, 2007, p. 85), além de fornecer volume sem aumentar consideravelmente a doçura, podendo substituir parcialmente a sacarose (DAVIS, 1995, p. 175).

3.1.5 Sacarose

A sacarose ($C_{12}H_{22}O_{11}$) é um dissacarídeo formado pela união da glicose e da frutose. Este composto natural, geralmente associado com o sabor doce é comumente usado para alterar sabores e outras propriedades dos alimentos. A sacarose, também conhecida como açúcar de mesa, é extraída comercialmente da cana de açúcar ou da beterraba (TEMUSSI, 2006, p. 1877). A fusão desta ocorre entre as temperaturas de 190 a 192 °C (POUCHERT, 1981, p. 119). Sua estrutura está representada na Figura 3.5.

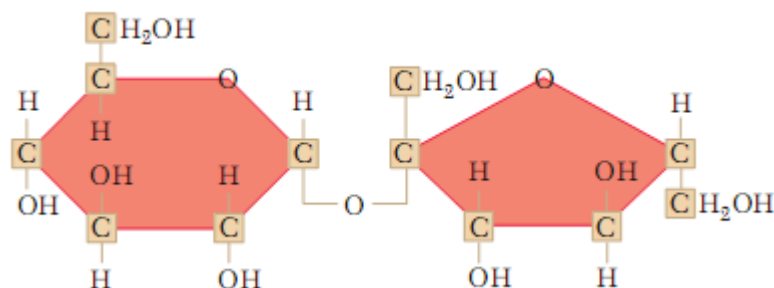


Figura 3.5 - Estrutura da sacarose

A sacarose é o mais abundante de todos os açúcares, e desde 2000 a.C. tem sido produzida como alimento e adoçante, sendo proveniente do suco do caule da cana de açúcar, uma gramínea tropical originária do Pacífico Sul. Esta era cultivada na Índia de onde se propagou para outros países substituindo o mel que era o principal adoçante na Europa no século XV (BARBOSA FILHO et al., 2000, p. 7).

A cana de açúcar (*Saccharum* spp.) é cultivada no Brasil desde 1532, sendo atualmente o maior produtor e exportador de açúcar e álcool do mundo, com uma área de cultivo de 6,5 milhões de hectares, produzindo aproximadamente 420 milhões de toneladas de cana por ano, com uma produtividade média de 73 t. ha⁻¹. Entre os estados com maior produtividade no Brasil estão São Paulo, Paraná, Minas Gerais e Alagoas. A cana está pronta para a industrialização quando apresentar um teor mínimo de 12% de sacarose (IBGE, 2007).

Em 1747 Marggraf descobriu que a beterraba também era uma fonte potencial de sacarose. A beterraba branca (*Beta vulgaris*), uma planta anual, rende 10 a 20% por peso de sacarose. O açúcar de beterraba representa 40% da produção total de sacarose no mundo, onde em 1988 excedeu 100 milhões de toneladas (BARBOSA FILHO et al., 2000, p. 7).

Os produtos elaborados com sacarose geralmente se destacam pela aparência e pelo sabor doce. Esta aumenta a viscosidade do meio, proporcionando textura adequada e estabilidade (OLIVEIRA et al., 2004, p. 627). Além disso, a sacarose possui grande disponibilidade, baixo custo e simplicidade de produção; sendo, portanto, bastante utilizada na fabricação de doces, bolos, bebidas, enlatados, engarrafados, alimentos congelados entre outros (SIGMAN-GRANT; MORITA, 2003, p. 815). Porém, algumas pesquisas têm registrado que o uso exagerado de sacarose estar relacionado a problemas de saúde como enxaquecas, obesidade, doenças do coração, cárie dentária, câncer (HILL; ARLIN, 1993, p. 490) e diabetes.

Durante a digestão, a sacarose é quebrada em açúcares simples (frutose e glicose) que são transportados pela corrente sanguínea para todas as células do corpo. A dificuldade do organismo em metabolizar os açúcares ingeridos é causada pela diabetes, onde seus portadores não produzem insulina suficiente ou não podem usar a insulina produzida (VISSOTTO; GOMES, 2005, p. 108).

Portanto, é necessária a utilização de produtos alimentícios que ajudem na redução do consumo destes açúcares, tais como os produtos contendo adoçantes artificiais (CHEN; MOU, 1997, p. 135), que também possui sabor doce, porém possuem baixo valor calórico ou isenção total de açúcar (ANVISA, 2007). Estes não podem ser tóxicos e devem ser naturalmente metabolizados ou eliminados pelo organismo (CAPITAN-VALLVEY et al., 2006, p. 385).

3.2 ADOÇANTES ARTIFICIAIS

3.2.1 Aspartame

O aspartame (Éster metílico do N-L- α -aspartil-L fenilalanina) é um adoçante artificial de baixo poder calórico descoberto acidentalmente por J. M. Shlatter nos Estados Unidos em 1965. É um dipeptídeo cristalino de coloração branca, o qual adoça 180 a 200 vezes mais que a sacarose (FATIBELLO-FILHO et al., 1996, p. 250; CONCEIÇÃO et al., 2005, p. 163; CARVALHO, 2007, p. 4). Sua fusão ocorre entre 248 e 250 °C (POUCHERT, 1981, p. 1005).

O aspartame foi sintetizado a partir de uma substância química através de métodos enzimáticos, como também utilizando o método de DNA recombinante, Porém o processo industrial mais utilizado é a síntese química (FATIBELLO-FILHO et al., 1996, p. 250). Sua Fórmula estrutural está representa a seguir:

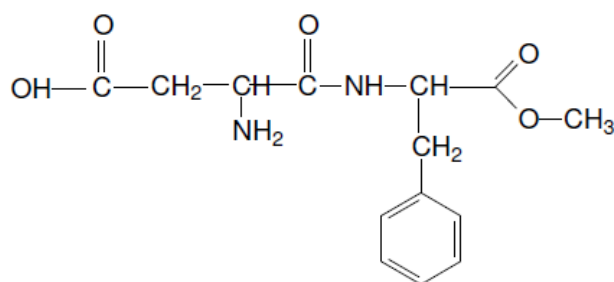


Figura 3.6 - Estrutura do Aspartame

Conhecido comercialmente por Nutrasweet[®] é um dos adoçantes artificiais mais utilizados na atualidade. No Brasil, tem sido empregado em vários produtos dietéticos, como adoçantes de mesa, refrigerantes, sorvetes, pudins, gelatinas, iogurtes, refrescos em pós, entre outros (VIEIRA; FATIBELLO-FILHO, 1995, p. 250).

Este adoçante artificial possui sabor semelhante à sacarose, não possui sabor residual amargo, não provoca cáries, fixa sabor e aroma e pode ser utilizado juntamente com outros adoçantes artificiais. É bastante usado por diabéticos; e por hipertensos, por não conter o sódio. Além disso, ajuda no controle do peso de indivíduos obesos (BUTCHKO et al., 2002, p. 5).

O aspartame é metabolizado no trato gastrointestinal formando ácido aspártico (40%), fenilalanina (50%) e metanol (10%). O metanol é inicialmente oxidado a formaldeído em diversos tecidos e por fim a ácido fórmico. Os metabólitos são absorvidos, utilizados e excretados pelo corpo da mesma forma que acontece com as outras fontes de dietas (STEGINK, 1987, p. 205; GILLI et al. 2008, p. 89).

Este dipeptídeo é utilizado pelo corpo como mais uma proteína, fornecendo energia, porém as calorias são desprezíveis, devido suas quantidades serem muito pequenas. Os produtos do metabolismo do aspartame são apontados como responsáveis pela sua possível toxicidade. A fenilalanina não é recomendada para pessoas portadoras da fenilcetonúria, uma doença genérica rara, que faz com que o metabolismo da fenilalanina não funcione adequadamente. Grandes doses desta substância podem levar a mudanças no comportamento, tais como insônia e depressão; alterações na visão e retardamento mental principalmente nas crianças. O metanol produzido em grandes quantidades pode provocar acidoses e cegueiras (CONCEIÇÃO et al., 2005, p. 163).

Para verificar a segurança no consumo deste adoçante e de seus constituintes metabólitos, iniciou-se um processo de aprovação através de estudos toxicológicos realizados

em animais, fazendo uso de quantidades superiores às consumidas normalmente pelo homem. Os resultados não apresentaram efeitos no sistema nervoso central, aparelho reprodutor, digestivo e endócrino. Através destes estudos também estipulou-se um valor diário para o consumo de aspartame que é de 40 mg/kg de massa corporal, sendo aprovado para uso inicialmente nos Estados Unidos em 1974. Entretanto, após sua aprovação continuaram sendo feitas pesquisas envolvendo possíveis ligações entre o aspartame e dores de cabeça, ataques, comportamentos, humor e reações alérgicas, sendo confirmada sua segurança quando usado em quantidades pequenas (BUTCHKO et al., 2002, p. 5-7).

A estabilidade do aspartame tem sido amplamente estudada através de métodos sofisticados, os quais revelam que este é relativamente estável até 150 °C, porém em determinadas condições de temperatura, pH e umidade, torna-se instável, podendo ser hidrolisado e formar aspartilfenilalanina ou dicetopiperazina liberando metanol (CARVALHO, 2007, p. 4), como pode ser visualizado na Figura 3.7.

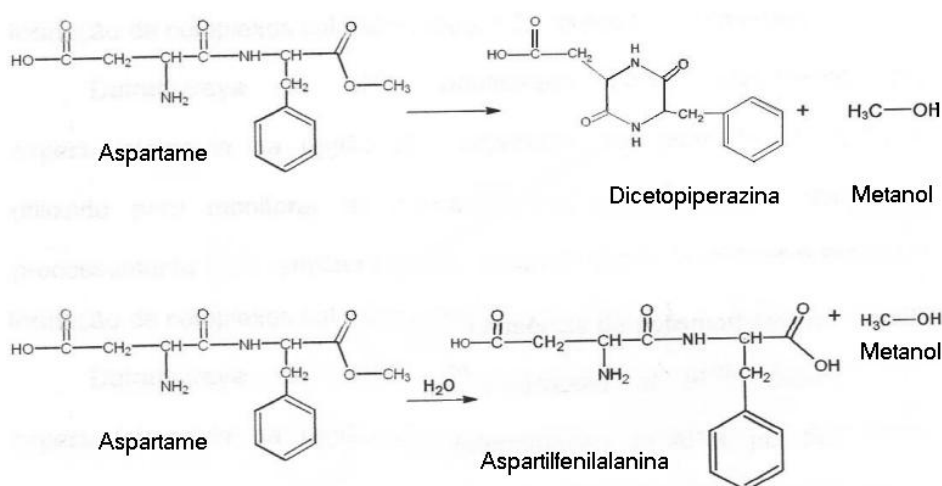


Figura 3.7 - Reações de decomposição do aspartame.

Portanto, devido a essa instabilidade, o aspartame não pode ser utilizado em produtos que necessite de altas temperaturas de processamento ou por grandes períodos de cozimentos e frituras. Entretanto, mesmo em altas temperaturas, quando expostos por pequenos períodos de tempo, ele pode ser utilizado sem perda significativa da doçura (BASTIN, 2006).

3.2.2 Ciclamato

O ciclamato, ácido ciclohexilsulfâmico foi descoberto em 1937 por Michael Sveda, um estudante americano da Universidade de Illinois ao pesquisar a síntese de sulfamatos, sendo este 30 vezes mais doce que a sacarose. É um pó branco, cristalino, inodoro, solúvel em água, álcool e propilenoglicol.

É um adoçante artificial não calórico bastante utilizado na indústria farmacêutica, alimentos e bebidas; Podendo ser encontrado na composição dos produtos em três formas diferentes: ciclamato de sódio, ciclamato de cálcio e ácido ciclâmico (ARRUDA et al., 2003, p. 148). A fórmula estrutural do ciclamato de sódio está representa a seguir:

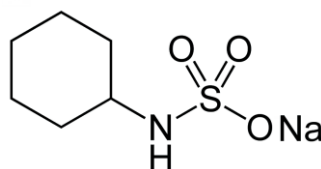


Figura 3.8 - Estrutura do Ciclamato de sódio

Em 1949, o ciclamato teve seu início no mercado mundial como adoçante artificial; e posteriormente foi adicionado à lista de substâncias ditas segura pelo FDA (Food and Drug Administration) em 1959, sendo bastante utilizada em substituição a sacarose por pessoas diabéticas ou com alguma restrição a ingestão de carboidratos. Entretanto, estudos posteriores constataram que o ciclamato não era eliminado de forma invariável, podendo ser metabolizado à ciclohexilamina (BOPP, PRICE, 2001, p. 63; ARRUDA et al., 2003, p. 148), que é um forte carcinogênico (RENWICK, WILLIAMS, 1972, p. 857; LLAMAS et al., 2005, p. 301).

Tanto nos seres humanos quanto em animais, o ciclamato não é absorvido completamente pelo intestino. A maior parte não absorvida, geralmente é eliminada pela urina e pelas fezes, e uma quantidade variável pode ser convertida à ciclohexilamina através de microorganismos. Entretanto, quando absorvido é rapidamente excretado pela urina sem acúmulo considerável no sangue ou nos tecidos. Cada indivíduo possui habilidades variadas em metabolizar o ciclamato a ciclohexilamina, o principal metabólito do ciclamato. Acima de 70% da população humana é incapaz de metabolizá-lo, enquanto apenas 4% são capazes de

converter 20% ou mais da ingestão diária (RENEWICK, WILLIAMS, 1972, p. 857; CASALS et al., 1996, p. 397).

Quando estudado associado à sacarina na proporção 10:1, verificou-se o aumento na incidência de câncer de bexiga em ratos sendo, portanto, banido dos Estados Unidos e de outros países no final da década de 60 (PRICE et al., 1970, p. 1132; BOPP, PRICE, 2001, p. 63; ARRUDA et al., 2003, p. 148). Apesar de todas as controvérsias, o Joint Expert Committee on Food Additives (JECFA) aprovou o uso do ciclamato de sódio em 1977 em países, tais como Brasil, África do Sul, Finlândia, Alemanha, Suíça, entre outros.

Estudos posteriores sobre a toxicidade do ciclamato e da mistura ciclamato/sacarina, constatarem poucos efeitos fisiopatológicos, mesmo quando ingerido em grandes quantidades (BOPP, PRICE, 2001, p. 63; ARRUDA et al., 2003, p. 148).

Devido ao sinergismo proporcionado entre o ciclamato e a sacarina, geralmente são empregadas misturas destes edulcorantes com a finalidade de diminuir o sabor residual amargo deixado pela sacarina (BOPP; PRICE, 2001, p. 63). No Brasil existem diversos adoçantes de mesa com esta composição, sendo os mais vendidos com proporção de duas partes de ciclamato para uma de sacarina (CARDELLO et al., 1999, p. 121; ARRUDA et al., 2003, p. 149). De acordo com o JECFA, a ingestão diária aceitável (IDA) para o ciclamato é 11mg por kg de massa corporal; e segundo o Scientific Committee on Food of the European Commission (SCFEC), o IDA é 7mg (ARMENTA et al., 2004, p. 149).

O ciclamato de sódio é um adoçante artificial bastante utilizado não somente como substituto da sacarose por pessoas diabéticas, como também para o controle e redução do peso corporal, tendo ainda como vantagem não provocar o desenvolvimento da cárie dentária. Portanto, devido a utilização deste adoçante tanto em alimentos quanto na indústria farmacêutica são necessárias investigações sobre os possíveis efeitos que esta substância possa causar no homem (YEBRA, BERMEJO, 1998, p. 1115; PINHEIRO et al., 2005, p. 197), incluindo as transformações químicas ou físicas que possam ocorrer durante seu processamento industrial e preparo dos alimentos que utilizam este produto (CONCEIÇÃO et al., 2005, p. 164).

3.2.3 Sacarina

A sacarina (O-benzoico sulfamida, $C_6H_4COSO_2NH$) foi descoberta em 1879 por Remsen e Fahlberg na Universidade de Hopkins Johns, ao estudarem a oxidação do o-toluenosulfonamidas (LLAMAS et al., 2008, p. 43).

A sacarina e seus sais de sódio são pós cristalinos brancos e inodoros, que adoça cerca de 400 a 500 vezes mais que a sacarose (PEARSON, 2001, p. 151). A estrutura da sacarina sódica pode ser observada na Figura 3.9.

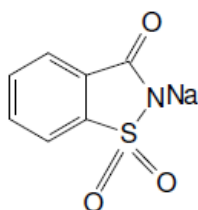


Figura 3.9 Estrutura da Sacarina Sódica

Têm sido bastante utilizada pela medicina e em vários produtos como adoçante não nutritivo substituto da sacarose por pessoas diabéticas ou com alguma restrição em relação à ingestão dos carboidratos (UÇAR, 2008, p.1239; CARDELLO et al., 1999, p. 119).

Essa substância é solúvel em acetona, etanol e glicerol e um pouco solúvel em clorofórmio e dietil éter. É bastante estável no seu estado seco e também conhecido por seu sabor residual amargo e metálico, que pode ser amenizado através de misturas com outros adoçantes, como ciclamato, aspartame, acessulfame-k e sucralose (PINHEIRO et al., 2005, p. 196).

A mistura Ciclamato/Sacarina tem sido usada em proporções diferentes, sendo seu potencial variado de acordo com as proporções. Para a proporção 2:1 de Ciclamato/Sacarina que é a utilizada comercialmente no Brasil, não há estudos sobre a equivalente doçura de sacarose (CARDELLO et al., 1999, p. 121; PINHEIRO et al., 2005, p. 196).

O grande consumo de sacarina está relacionado a alguns fatores como: preço bem abaixo da sacarose, não fornece calorias, não é metabolizado pelo organismo, não provoca cáries, é estável e possui amplas aplicações (CAPITAN-VALLVEY et al., 2006, p.385).

A sacarina sódica é o adoçante artificial mais antigo, porém tem sido alvo de críticas nos últimos anos devido a seus prováveis efeitos carcinogênicos. As maiores restrições são

devido ao seu potencial de toxicidade. O valor da ingestão diária aceitável é permitido pela Organização Mundial de Saúde (OMS), sendo o mais baixo em relação aos outros adoçantes (ZHU et al., 2005, p. 143). Esse valor varia entre 0 e 5 mg por kg de massa corporal por dia (LLAMAS et al., 2008, p. 43).

Por causa da sua estabilidade térmica e ausência dos efeitos de pH (2-8), a sacarina pode ser utilizada em diversos preparos alimentícios, tais como geléias, conservantes, sucos concentrados, alimentos enlatados, produtos assados, bebidas carbonadas, entre outros. Porém, quando aquecida a 380° C e em pH menor do que 2,0; pode ocorrer a decomposição hidrolítica da sacarina, tendo como resultado a formação de dois ácidos, que não são doces. Também ocorre a liberação de substâncias tóxicas, como óxido de nitrogênio (PINHEIRO et al., 2005, p. 196).

3.3 ANÁLISE TÉRMICA

A análise térmica (TA) é bastante utilizada para descrever técnicas analíticas experimentais como a Termogravimetria (TG), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) e Análise Térmica Diferencial (DTA). Estas técnicas são utilizadas a fim de investigar o comportamento de uma amostra em função da temperatura.

A análise térmica é empregada tanto nos meios científicos quanto industriais. A aceitação destas como técnicas analíticas em uma crescente faixa de aplicações se dá devido a sua eficácia em caracterizar uma grande variedade de materiais utilizando uma ampla faixa de temperatura, assim como fazer uso de pequena quantidade de amostra (0,1 µg - 10 mg) e obter resultados relativamente rápidos (HATAKEYAMA, QUINN, 1999, p. 1-2; SILVA et al., 1999, p. 177).

Com essa técnica as propriedades dos materiais (área superficial, porosidade, tamanho da partícula, densidade, massa, etc.), são medidas em função do tempo ou da temperatura. Outras propriedades dependem da estrutura molecular e da natureza do material e inclui as propriedades termodinâmicas como capacidade calorífica, entalpia e entropia. As condições de análise podem ser isotérmicas, onde a temperatura permanece constante, ou não-isotérmicas, onde se programa a temperatura desejada. (PIMENTEL; ARBILLA, 1998, p. 263).

Na investigação do comportamento térmico de alimentos muitos efeitos físico-químicos podem ser observados na faixa de temperatura entre 50 e 300 °C, os quais podem ser endotérmicos, no caso da fusão, gelatinização, desnaturação e evaporação ou exotérmicos como oxidação e fermentação. A transição vítrea pode ser observada pela mudança na linha de base. Estas informações associadas à umidade são importantes tanto para a estocagem do alimento, quanto para o seu consumo (RAEMY, 2003, p. 273-274).

A Figura 3.10 mostra os componentes básicos de instrumentos da análise térmica.

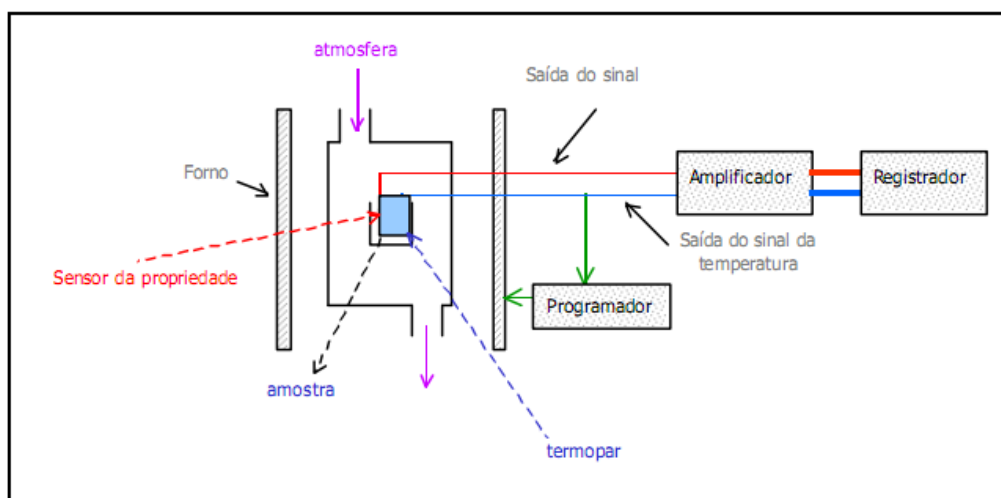


Figura 3.10 Componentes básicos de instrumentos de Análise Térmica.

3.3.1 Termogravimetria (TG)

A termogravimetria (TG) é a técnica pela qual determinam-se as perdas ou ganhos de massa de uma substância em função do tempo ou da temperatura. O instrumento principal da termogravimetria é uma termobalança de precisão e um forno que possibilite a programação de temperatura para que esta aumente linearmente com o tempo (HEIDELBERG, 1987, p 112; BROWN, 1988, p. 6; HATAKEYAMA, QUINN, 1999, p. 45; VOGEL, 2002, p. 265).

Os eventos térmicos referentes às perdas de massa são: sublimação, vaporização, dessorção, absorção, redução, oxidação e decomposição. Porém nem todos os eventos térmicos, apresentam perdas de massa, como é o caso da fusão, cristalização e transição vítrea.

A termogravimetria é bastante utilizada para caracterizar a decomposição e estabilidade térmica de vários materiais, em condições variadas, assim como estudar a cinética dos processos físico-químicos ocorridos nas amostras. As características apresentadas nas curvas termogravimétricas de um determinado material podem ser influenciadas pelas condições experimentais empregadas, tais como: massa da amostra, volume e forma física, a natureza e a forma do suporte da amostra, o tipo e a pressão de atmosfera, assim como a taxa de aquecimento (HATAKEYAMA; QUINN, 1999, p. 45).

3.3.1.1 Termogravimetria Derivada (DTG)

Na termogravimetria derivada (primeira derivada da curva TG), a variação de massa em relação ao tempo, dm/dt , é calculada como uma função do tempo ou da temperatura. A curva DTG apresenta picos com áreas que correspondem às variações de massa observadas na curva TG (SILVA, 2002, p. 10).

As reações sobrepostas são na maioria das vezes difíceis de serem interpretadas pela curva TG. Em alguns casos a resolução pode ser melhorada através de mudanças dos parâmetros escolhidos, porém às vezes não é desejável alterar as condições experimentais otimizadas. Neste caso, é necessário fazer uso da curva DTG, visto que se consegue visualizar melhor o início e o fim de cada reação. Os picos da curva DTG ocorrem quando a taxa de variação de massa é máxima. Estes são caracterizados pela temperatura máxima de pico e a temperatura inicial de pico. Porém, a curva DTG não possui mais informações do que as contidas na curva TG. As curvas DTG também são utilizadas para comparar os resultados das curvas DTA devido à semelhança entre elas (BROWN, 1988, p. 17-18; HATAKEYAMA, QUINN 1999, p. 68).

3.3.2 Análise Térmica Diferencial (DTA)

A análise térmica diferencial é a técnica mais empregada para auxiliar nos resultados obtidos na curva TG. As curvas DTA determinam a diferença de temperatura entre a amostra

e o material de referência em função da temperatura (modo não-isotérmico) ou tempo (modo isotérmico).

Durante uma transição de fase, a temperatura programada não permanece a mesma devido à absorção ou emissão de calor pela amostra (HEIDELBERG, 1987, p. 33; BROWN, 1988, p. 23; HATAKEYAMA, QUINN, 1999, p. 6-69). Portanto, quando ocorre um evento endotérmico, tais como na fusão e desidratação, a temperatura da amostra se torna mais baixa até que a reação se complete, quando então retorna a temperatura da referência. Os picos da DTA fornecem informações sobre a natureza da amostra analisada. Picos endotérmicos agudos normalmente são relacionados à cristalização ou fusão e os picos endotérmicos largos são relacionados à desidratação. As mudanças físicas de uma amostra geralmente apresentam picos endotérmicos, já as mudanças químicas, principalmente as reações de oxidação, apresentam na maioria das vezes picos exotérmicos (VOGEL, 2002, p. 271).

3.3.3 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

A calorimetria exploratória diferencial (DSC) é a técnica que possibilita a determinação da diferença de energia ocorrida entre a amostra e um material de referência, quando estes são aquecidos ou resfriados através da temperatura previamente programada (HEIDELBERG, 1987, p. 31; BROWN, 1988, p. 25; VOGEL, 2002, p. 271). Existem muitas semelhanças entre as curvas de DSC e DTA, incluindo a aparência, porém, o princípio de energia compensada no DSC é diferente daquele da DTA. Os resultados apresentados nestas curvas podem ser comparados, visto que são qualitativamente similares, contudo a curva DSC contém informações quantitativas mais seguras que a DTA.

Os eventos térmicos percebidos para as amostras são as derivações da linha de base DSC, os quais apresentam eventos endotérmicos ou exotérmicos, dependendo da quantidade de energia fornecida à amostra em relação à referência. Quando a transferência de energia é aumentada, os eventos são endotérmicos e freqüentemente são ditos positivos. O contrário acontece com os eventos exotérmicos (BROWN, 1988, p. 25).

As principais aplicações da análise DSC referem-se à determinação do calor específico, efeitos térmicos, estabilidade oxidativa, polimorfismo, transição vítrea, ponto de fusão e cristalização (HEIDELBERG, 1987, p. 31).

3.4 ESPECTROSCOPIA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO (IV) – MÉDIO

A radiação infravermelha compreende a parte do espectro eletromagnético entre as regiões do visível e das microondas. A parte situada entre 4000 e 400 cm^{-1} é a região de grande interesse dos químicos orgânicos, onde neste intervalo consegue-se identificar as estruturas das mostras desconhecidas através das bandas características dos diversos grupos funcionais que são analisadas a partir de consultas a tabelas.

As intensidades das bandas podem ser expressas como transmitância, que é a razão entre a energia radiante transmitida pela amostra e a energia radiante que nela incide; e como absorbância, que é o logaritmo decimal do inverso da transmitância.

As vibrações moleculares são classificadas como deformações axiais, onde ocorre um movimento rítmico no eixo da ligação; e como deformações angulares, que refere-se a alterações dos ângulos de ligação em relação as outras partes das moléculas (SILVERSTEIN, 2007, p. 70).

Os espectros de infravermelho são utilizados para identificar compostos puros e para a detecção e identificação de impurezas nas amostras. Estes podem ser considerados como a impressão digital de um determinado composto.

Os espectrofotômetros de infravermelho mais sofisticados utilizam a espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR), que se baseia na interferometria para produzir o espectro (VOGEL, 2002, p. 389). A Figura 3.11 mostra o esquema de um espectrofotômetro FT-IR de feixe simples, onde em uma seção do interferômetro, uma parte da radiação atravessa o divisor de feixe, é refletida pelo espelho fixo e desviada pelo divisor de feixe, passando pela amostra em direção ao transdutor. Na outra seção, parte da radiação é refletida pelo divisor de feixe em direção ao espelho móvel, passando pelo divisor de feixe e pela amostra, atingindo o transdutor. Se a diferença de fase for adequada, os dois feixes podem sofrer interferência entre eles ao se encontrarem novamente no divisor de feixe. O interferograma é constituído pelo gráfico do sinal versus o deslocamento do espelho, o qual contém as informações sobre todas as frequências. O espectro da intensidade versus o número de onda é a transformada de Fourier do interferograma (HOLLER et al., 2009, p. 457).

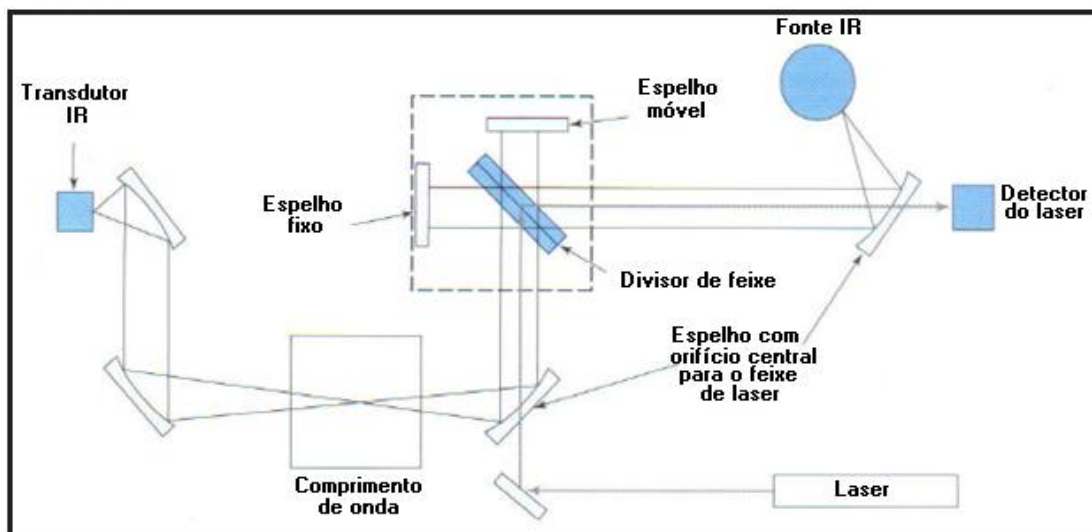


Figura 3.11 Esquema de um espectrofotômetro de FT-IR de feixe simples.
Fonte: HOLLER et al., 2009, p. 457

4 PARTE EXPERIMENTAL

4 PARTE EXPERIMENTAL

4.1 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1.1 Padrões

Os padrões utilizados neste trabalho estão listados na Tabela a seguir:

Tabela 4.1 Dados referentes às substâncias padrões utilizadas neste estudo.

Substância	Fórmula	Peso Molecular (g.mol ⁻¹)	Fabricante
Frutose	C ₆ H ₁₂ O ₆	180	Sigma
Galactose	C ₆ H ₁₂ O ₆	180	Sigma
Glicose	C ₆ H ₁₂ O ₆	180	Sigma
Lactose	C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁	342	Sigma
Sacarose	C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁	342	Sigma
Aspartame	C ₁₄ H ₁₈ N ₂ O ₅	294	Supelco
Ciclamato de Sódio	C ₆ H ₁₂ NS O ₃ Na	201	Jebsen & Jessen
Sacarina Sódica	C ₇ H ₄ NNaO ₃ S	205	Suzhou Fine Chem. LTDA
Dióxido de silício	SiO ₂	60	Aerosil®200

4.1.2 Materiais e Reagentes

- ❖ Acetona P. A.
- ❖ Ácido Nítrico P. A.
- ❖ Algodão
- ❖ Ar sintético
- ❖ Becker
- ❖ Brometo de potássio
- ❖ Dessecador
- ❖ Espátulas
- ❖ Frascos de vidro (2 mL)
- ❖ Gás butano comercial
- ❖ Gral e pistilo de porcelana
- ❖ Maçarico
- ❖ Micro cadinhos de alumínio (DSC)
- ❖ Micro cadinhos de platina (TG/DTA)
- ❖ Nitrogênio gasoso
- ❖ Pinça
- ❖ Prensador

4.1.3 Equipamentos

- ❖ Termobalança modelo DTG-60H Simultaneous DTA-TG Apparatus da Shimadzu;
- ❖ Analisador de DSC modelo DSC-50 da Shimadzu;
- ❖ Micro balança analítica AD-4 da Perkin Elmer;
- ❖ Espectrofotômetro de Infravermelho modelo Nexus 470 FT-IR da Thermo Nicolet;

4.2 AMOSTRAGEM

4.2.1 Definição das amostras

Foram utilizados quinze adoçantes de mesa comerciais em pó adquiridos de mercados da cidade de Natal, cujas composições estão definidas no quadro abaixo. Não foi possível especificar as quantidades destes constituintes, visto que o rótulo está incompleto, indicando apenas a porcentagem total de adoçantes naturais e artificiais.

Adoçante	Constituintes
A	Sacarose, ciclamato de sódio, sacarina sódica, esteviosídeo e fosfato tricálcico
B e C	Ciclamato de sódio, sacarina sódica, aspartame, acessulfame-k, lactose e dióxido de silício
D	Ciclamato de sódio, sacarina sódica, lactose e dióxido de silício
E	Ciclamato de sódio, sacarina sódica, esteviosídeo, lactose, maltodextrina e dióxido de silício
F	Sacarose, ciclamato de sódio, aspartame, sacarina sódica e dióxido de silício
G	Ciclamato de sódio, sacarina sódica, aspartame, acessulfame-k, glicose e dióxido de silício
H	Maltodextrina, ciclamato de sódio, sacarina sódica e citrato de sódio
I, J e L	Aspartame, lactose e dióxido de silício
M	Aspartame e sacarose
N	Aspartame, lactose, dióxido de silício e maltodextrina
O	Lactose, maltodextrina, aspartame, acessulfame-k e dióxido de silício
P	Frutose

4.3 METODOLOGIA

4.3.1 Termogravimetria e Análise Térmica Diferencial (TG/DTA)

As curvas TG, DTG e DTA dos padrões e das amostras foram feitas utilizando-se um sistema simultâneo TG/DTA; usando-se cerca de 5 mg de cada, padrão e amostra, sob atmosfera de ar ou nitrogênio, intervalo de temperatura de 30 a 1000 °C, vazão de gás de 50 mL.min⁻¹ e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Inicialmente foram realizados testes com a razão de aquecimento a fim de verificar qual seria mais útil na interpretação das curvas de decomposição. Foram utilizadas as razões de aquecimento de 5 e 10°C/min e os padrões de sacarina, ciclamato de sódio, frutose e

lactose. Como as curvas TG/DTA obtidas apresentaram perfis semelhantes, optou-se por trabalhar a $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$, pois neste caso se reduziria a quantidade de gás a ser utilizado e o tempo de análise seria o menor que aquele para $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

4.3.2 Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC)

As curvas DSC dos padrões e das amostras foram feitas utilizando-se cerca de 1 mg de cada padrão e amostra em cadinhos de alumínio que foram vedados com um tampa de alumínio através de um prensador. Estas foram realizadas em um calorímetro tipo DSC-50, sob atmosfera de nitrogênio, vazão de gás de $50 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$, razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ e no intervalo de temperatura de 30 a 500°C .

4.3.3 Espectroscopia na região do infravermelho (FT-IR) - Médio

Os padrões e amostras de adoçantes (1 mg) foram misturados com 100 mg de brometo de potássio (KBr) em um gral de porcelana. Em seguida foram preparadas em forma de pastilhas com a ajuda de uma prensa. Os espectros de absorção foram obtidos entre 4000 e 400 cm^{-1} em um espectrofotômetro de infravermelho com transformada de Fourier, modelo Nexus 470 FT-IR.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 ANÁLISE TÉRMICA

5.1.1 Análise TG, DTG, DTA e DSC dos adoçantes naturais

5.1.1.1 Análise TG, DTG e DTA do padrão de frutose

A Figura 5.1 mostra as curvas TG, DTG e DTA do padrão de frutose obtidas em atmosferas de N₂ (a) e ar (b). Os dados das temperaturas iniciais, finais, de picos e das perdas de massa estão na Tabela 5.1.

Comparando-se os experimentos realizados em nitrogênio e em ar sintético, observou-se que em ambas as atmosferas ocorreram a fusão da frutose na mesma temperatura (122 °C), que foi próxima da indicada na literatura Aldrich (2000-2001), seguidas por três etapas de decomposição.

A atmosfera utilizada não influenciou na temperatura inicial de decomposição da frutose, que foi a mesma nas duas atmosferas, 170 °C. A etapa de formação do resíduo final carbonáceo em atmosfera de nitrogênio se estendeu até o final do experimento, pois foi se transformando lentamente; já em atmosfera de ar devido à presença do oxigênio, a etapa foi mais efetiva para a produção de CO₂ e H₂O a partir da decomposição da matéria orgânica, terminando abaixo de 530 °C.

Outro comentário importante é que na atmosfera de nitrogênio, o pico referente à terceira etapa de decomposição foi endotérmico e em atmosfera rica em oxigênio foi exotérmico, típico de reação de oxidação.

Houve uma maior perda de massa na segunda etapa de decomposição em ambas as atmosferas, com percentuais de 51,9 % sob nitrogênio e 64,5 % sob ar sintético.

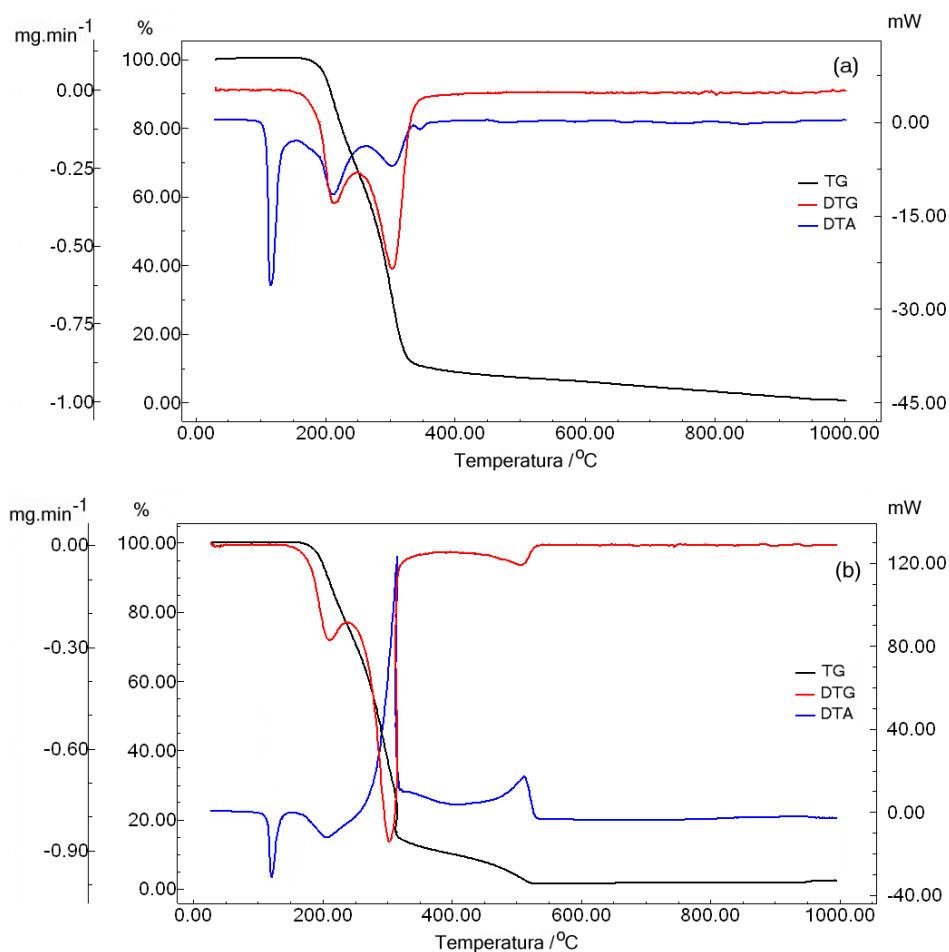


Figura 5.1 - Curvas TG, DTG e DTA do padrão de frutose em atmosferas de N_2 (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min^{-1} , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de $10^\circ\text{C.min}^{-1}$.

Tabela 5.1 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do padrão de frutose em atmosfera de N_2 e ar.

Atmosfera	Evento		DTA		TG
	Fenômeno	Intervalo/ $^\circ\text{C}$	Pico/ $^\circ\text{C}$	Reação	Δ massa/%
Nitrogênio	1 fusão	109 - 136	122	endotérmica	-
	2 decomposição	170 - 259	210	endotérmica	36,6
	3 decomposição	259 - 336	303	endotérmica	51,9
	4 decomposição	336 - 1000	-	-	10,8
ar sintético	1 fusão	111 - 137	122	endotérmica	-
	2 decomposição	170 - 242	206	endotérmica	25,6
	3 decomposição	242 - 298	316	exotérmica	64,5
	4 decomposição	398 - 527	512	exotérmica	8,4

5.1.1.2 Análise DSC do padrão de frutose

A Figura 5.2 mostra a curva DSC do padrão de frutose em atmosfera de N_2 e razão de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$, em que inicialmente apresentou um pico endotérmico correspondente à fusão em $125\text{ }^{\circ}\text{C}$ com calor de $+136\text{ J/g}$. Em seguida ocorreram dois picos endotérmicos em 209 e $299\text{ }^{\circ}\text{C}$, com calores de $+56$ e $+71\text{ J/g}$, referentes às etapas de decomposição. Estes eventos foram observados em temperaturas similares às encontradas na curva DTA da frutose.

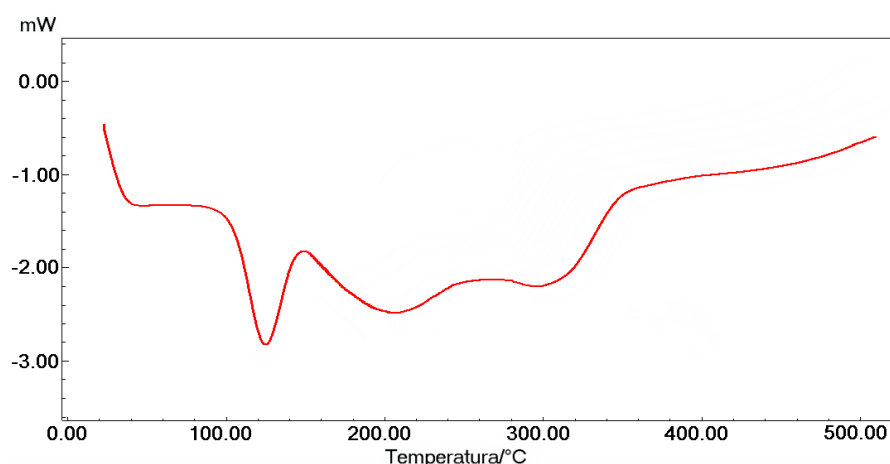


Figura 5.2 - Curva DSC do padrão de frutose em atmosfera de N_2 , vazão de gás de $50\text{ mL}.\text{min}^{-1}$, massa da amostra de 1 mg , suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$.

5.1.1.3 Análise TG, DTG e DTA do padrão de galactose

As curvas TG, DTG e DTA do padrão de galactose obtidas em atmosferas de N_2 (a) e ar (b) encontram-se na Figura 5.3. As perdas de massa, as temperaturas iniciais, finais e de picos são mostrados na Tabela 5.2.

As curvas TG, DTG e DTA realizadas tanto em nitrogênio quanto em ar sintético apresentaram a mesma temperatura de fusão para a galactose ($174\text{ }^{\circ}\text{C}$), temperatura de fusão também encontrada na literatura Aldrich (2000-2001), assim como uma sequência de três etapas de decomposição.

Notou-se que não houve diferença na temperatura inicial de decomposição em ambas as atmosferas, que foi em 192°C. A formação do resíduo final carbonáceo se prolongou até o final da análise sob nitrogênio, diferente da análise na presença do oxigênio, que promoveu uma etapa mais rápida para a produção de CO₂ e H₂O a partir da decomposição da matéria orgânica, onde a etapa terminou em 575 °C.

Na segunda etapa de decomposição, sob atmosfera de nitrogênio, observou-se três picos consecutivos endotérmicos, já sob atmosfera de ar observou-se apenas dois picos consecutivos, sendo estes exotérmicos.

Houve uma maior variação de massa na segunda etapa de decomposição para ambas as atmosferas, 68,8 % sob nitrogênio e 60,4 % sob ar sintético.

A análise realizada sob atmosfera de nitrogênio apresentou temperaturas de picos próximas àquelas observadas no Gráfico DSC da galactose (Figura 5.26).

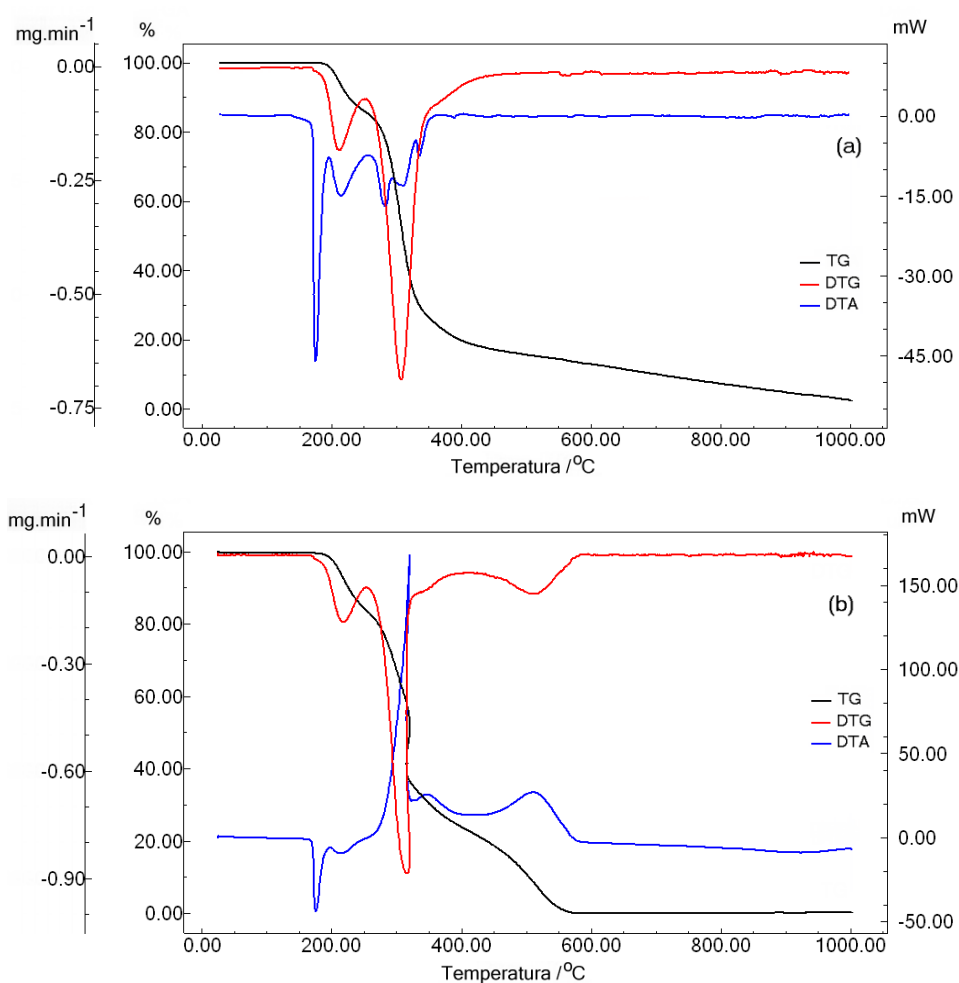


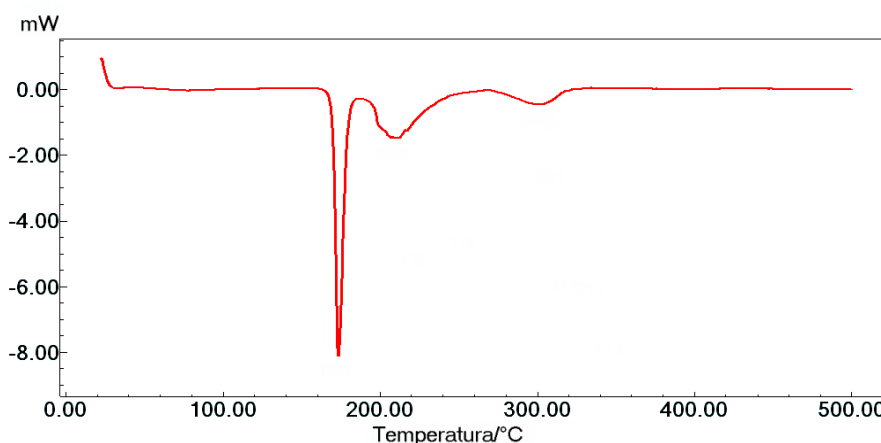
Figura 5.3 - Curvas TG, DTG e DTA do padrão de galactose em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.2: Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do padrão de galactose em atmosfera de N₂ e ar.

Atmosfera		Evento		DTA		TG
		Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%
Nitrogênio	1	fusão	171 - 187	174	endotérmica	-
	2	decomposição	192 - 258	214	endotérmica	13,7
	3	decomposição	258 - 350	283/310/335	endotérmica	68,8
	4	decomposição	350 - 1000	-	-	15,0
ar sintético	1	fusão	171 - 186	174	endotérmica	-
	2	decomposição	192 - 239	215	endotérmica	15,2
	3	decomposição	277 - 389	321/346	exotérmica	60,4
	4	decomposição	453- 575	511	exotérmica	24,1

5.1.1.4 Análise DSC do padrão de galactose

A Figura 5.4 mostra a curva DSC do padrão de galactose em atmosfera de N₂ e razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹, em que inicialmente apresentou um pico endotérmico correspondente à fusão em 173 °C, com calor de +239 J/g. Em seguida observou-se dois picos endotérmicos em 211 e 301 °C, com calores de +185 e +56 J/g, referentes às etapas de decomposição. Estes eventos foram observados em temperaturas próximas daquelas encontradas na curva DTA da galactose.

**Figura 5.4** - Curva DSC do padrão de galactose em atmosfera de N₂, vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

5.1.1.5 Análise TG, DTG e DTA do padrão de glicose

A Figura 5.5 apresenta as curvas TG, DTG e DTA do padrão de glicose analisadas em atmosferas de N_2 (a) e ar (b). Os dados das temperaturas iniciais, finais, de picos e das perdas de massa estão inseridos na Tabela 5.3.

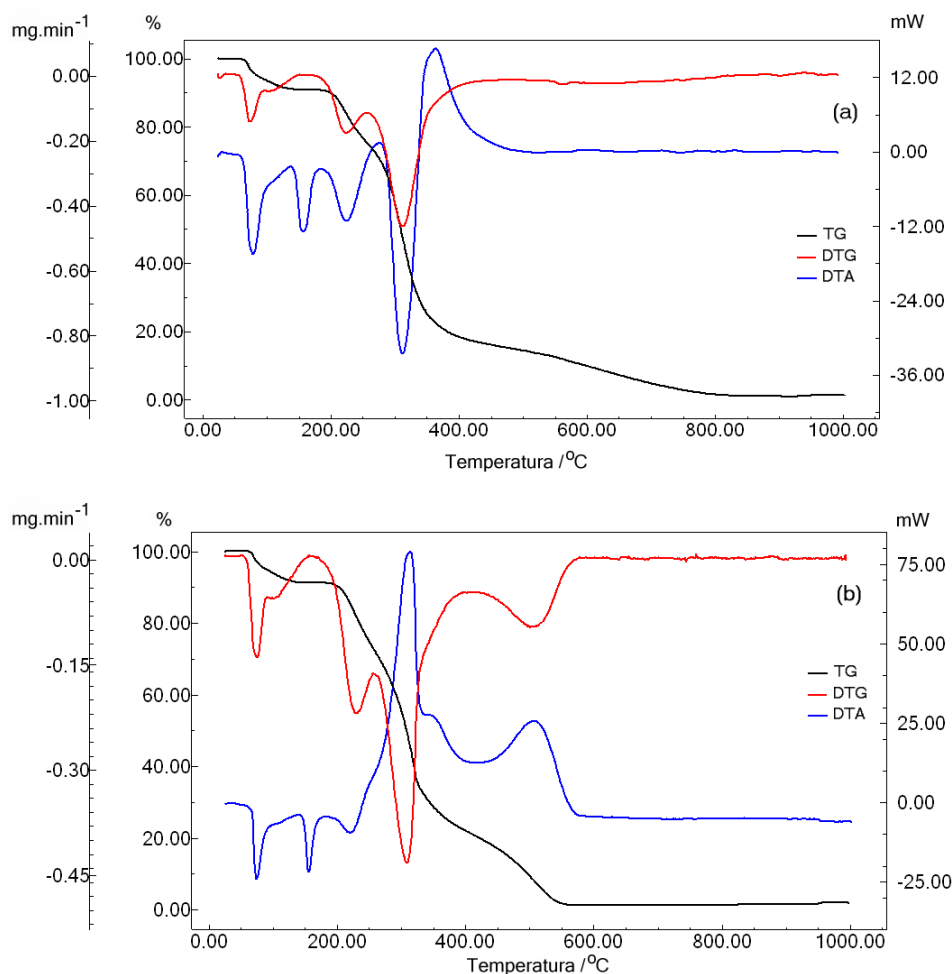


Figura 5.5 - Curvas TG, DTG e DTA do padrão de glicose em atmosferas de N_2 (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.3 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do padrão de glicose em atmosfera de N₂ e ar.

Atmosfera		Evento	DTA		TG	
			Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%
Nitrogênio	1	desidratação	63 - 134	79	endotérmica	8,8
	2	fusão	149 - 167	156	endotérmica	-
	3	decomposição	193 - 270	224	endotérmica	18,9
	4	decomposição	280 - 455	312/358	endo/exo	56,9
	5	decomposição	586 - 831	-	-	14,7

ar sintético	1	desidratação	67 - 131	75	endotérmica	8,8
	2	fusão	149 - 166	156	endotérmica	-
	3	decomposição	193 - 245	220	endotérmica	18,5
	4	decomposição	245 - 389	314	exotérmica	51,5
	5	decomposição	440 - 573	506	exotérmica	20,1

Ao se comparar as curvas TG, DTG e DTA da glicose realizadas em atmosferas de nitrogênio e ar sintético, percebeu-se que esta possui temperaturas de desidratações próximas (75 e 79 °C, respectivamente); temperatura de fusão idêntica (156 °C) nas duas atmosferas, que coincidiu com a encontrada na literatura Pouchert (1981); seguidas por três etapas de decomposição.

A temperatura inicial de decomposição coincidiu nas duas atmosferas (193 °C). Na terceira etapa, devido à presença do oxigênio, houve a formação de CO₂ e H₂O mais rápida para a análise realizada sob atmosfera de ar, que terminou abaixo de 580 °C, quando sob atmosfera de nitrogênio terminou em 831 °C.

A diferença no tipo de reação pode ser visualizada na segunda etapa de decomposição em que o pico foi exotérmico sob atmosfera de ar, porém sob nitrogênio apresentou dois picos consecutivos, sendo um endotérmico e o outro exotérmico.

Houve maior perda de massa na segunda etapa de decomposição em ambas as atmosferas (56,9 e 51,5 %).

5.1.1.6 Análise DSC do padrão de glicose

A Figura 5.6 mostra a curva DSC do padrão de glicose em atmosfera de N₂ e razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹, onde inicialmente apresentou um pico

endotérmico correspondente à desidratação em 76 °C, com calor de +77 J/g. A fusão ocorreu em 156 °C, com calor de +183 J/g, seguido por dois picos endotérmicos em 219 e 292 °C, com calores de +228 e +231 J/g e um pico exotérmico em 332 °C, com calor de +29 J/g referentes às etapas de decomposição. Estes eventos ocorreram em temperaturas próximas às observadas na curva DTA da glicose.

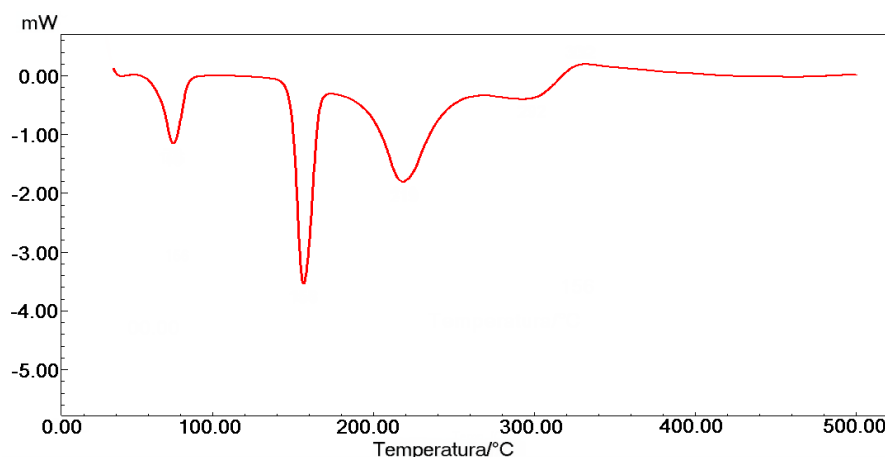


Figura 5.6 - Curva DSC do padrão de glicose em atmosfera de N₂, vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

5.1.1.7 Análise TG, DTG e DTA do padrão de lactose

A Figura 5.7 apresenta as curvas TG, DTG e DTA do padrão de lactose analisadas em atmosferas de N₂ (a) e ar (b). Os dados das temperaturas iniciais, finais, de picos e das perdas de massa estão inseridos na Tabela 5.4.

Ao observar as curvas TG, DTG e DTA realizadas em atmosferas de nitrogênio e ar sintético para a lactose percebeu-se que em ambas as atmosferas ocorreram: a desidratação em 150 °C, também observado por Moraes (2005); a fusão em 213 °C, temperatura esta próxima da indicada na literatura Lide (1991-1992); e uma sequência de três etapas consecutivas de decomposição térmica.

A temperatura inicial de decomposição (220 °C) ocorreu imediatamente após a fusão que coincidiu nas duas atmosferas. A etapa de formação do resíduo carbonáceo foi mais efetiva sob atmosfera de ar devido à presença do oxigênio, terminando em 560 °C, já sob atmosfera de nitrogênio terminou em 721 °C.

A atmosfera influenciou no tipo de reação ocorrida na segunda e terceira etapas de decomposição, pois sob atmosfera de nitrogênio a curva DTA apresentou três picos consecutivos (exotérmico, endotérmico e exotérmico), enquanto sob ar sintético apresentou apenas dois, sendo estes exotérmicos.

A maior perda de massa ocorreu na segunda etapa de decomposição em ambas as atmosferas com percentuais próximos de 63,0 %.

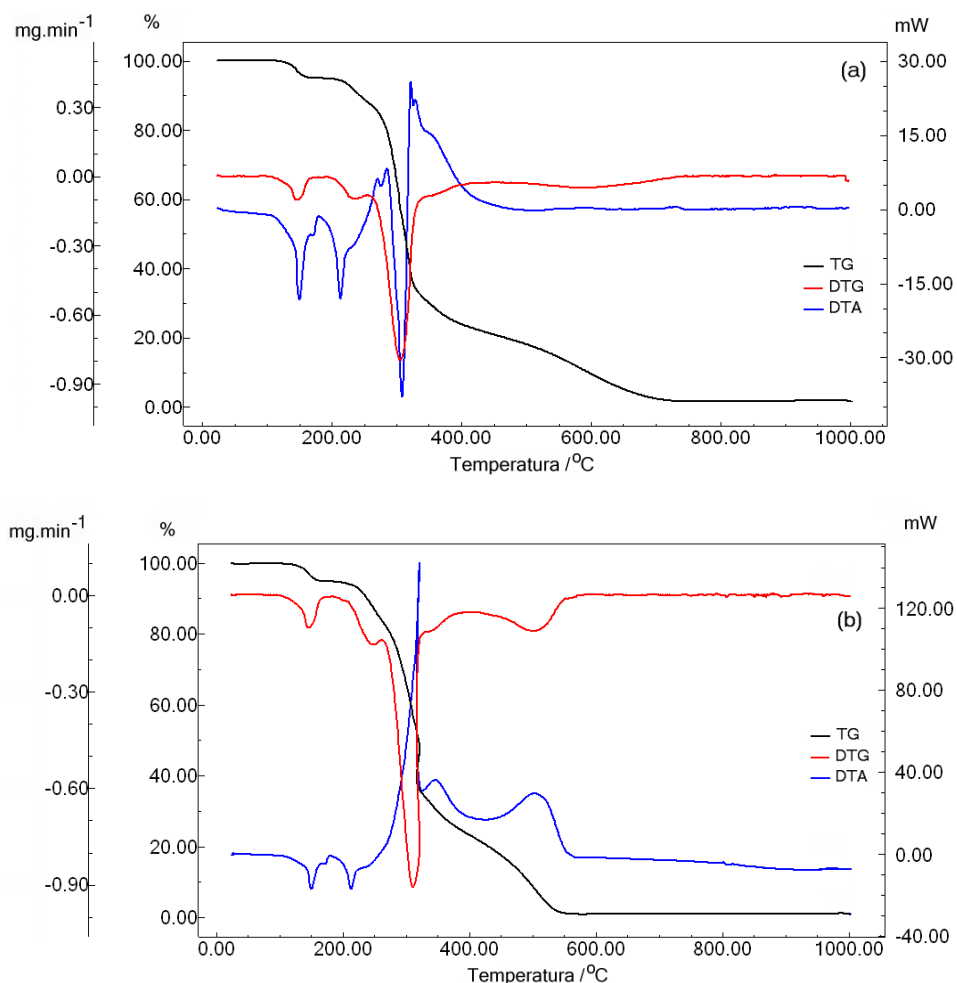


Figura 5.7 - Curvas TG, DTG e DTA do padrão de lactose em atmosferas de N_2 (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min^{-1} , massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de $10^\circ\text{C.min}^{-1}$.

Tabela 5.4 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do padrão de lactose em atmosfera de N₂ e ar.

Atmosfera		Evento		DTA		TG
		Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%
Nitrogênio	1	desidratação	120 - 162	150	endotérmica	4,9
	2	fusão/dec	193 - 259	213/235	endotérmica	7,2
	3	decomposição	259 - 413	284/307/322	exo/endo/exo	65,0
	4	decomposição	413 - 721	-	-	21,2
ar sintético	1	desidratação	114- 168	150	endotérmica	5,0
	2	fusão/dec	191 - 258	213/247	endotérmica	10,1
	3	decomposição	258 - 394	321/346	exotérmica	61,0
	4	decomposição	394 - 556	503	exotérmica	22,7

5.1.1.8 Análise DSC do padrão de lactose

A Figura 5.8 mostra a curva DSC do padrão de lactose em atmosfera de N₂ e razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹, no qual inicialmente apresentou um pico endotérmico correspondente à desidratação em 148 °C, com calor de +164 j/g; seguido por uma mudança cristalina da α lactose para β lactose em 175 °C. Pôde ser visualizada também a fusão que ocorreu em 211 °C, com calor de +125 j/g, seguido por dois picos endotérmicos em 235 e 298 °C com calores de +42 e +109 j/g, e um pico exotérmico em 322 °C, com calor de -34 j/g, referentes às etapas de decomposição. Estes eventos foram observados em temperaturas próximas as encontradas na curva DTA da lactose e estão de acordo com aqueles encontrados na curva DSC realizada por Silva (2002).

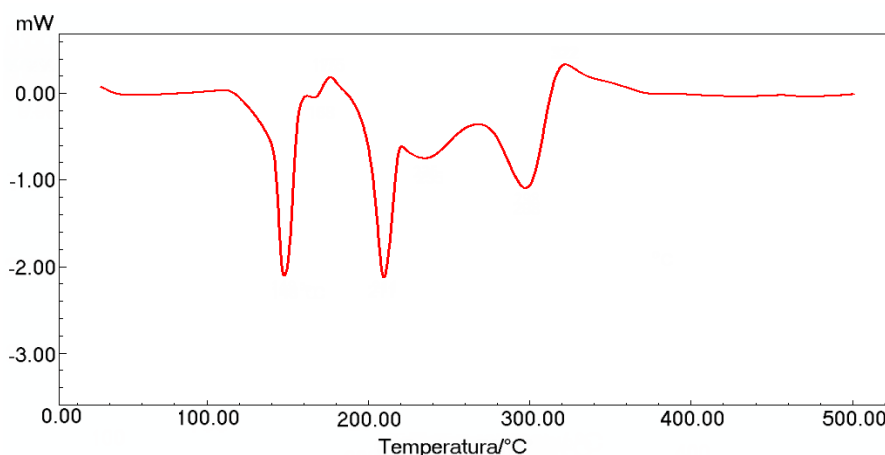


Figura 5.8 - Curva DSC do padrão de lactose em atmosfera de N_2 , vazão de gás de $50 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de $10^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$.

5.1.1.9 Análise TG, DTG e DTA do padrão de sacarose

As curvas TG, DTG e DTA do padrão de sacarose analisadas em atmosferas de N_2 (a) e ar (b) encontram-se na Figura 5.9. Os dados das temperaturas iniciais, finais, de picos e das perdas de massa estão inseridos na Tabela 5.5.

Ao analisar as curvas realizadas em atmosferas de nitrogênio e ar sintético para a sacarose, observou-se que a fusão ocorreu na mesma temperatura em ambas as atmosferas (191°C), temperatura esta também observada na literatura Pouchert (1981) e na sequência ocorreram três etapas de decomposição.

Percebeu-se que não houve influencia da atmosfera na temperatura inicial de decomposição da sacarose, pois foram muito próximas (220°C em nitrogênio e 222°C em ar). Na terceira etapa de decomposição, a temperatura inicial foi menor sob nitrogênio, porém a reação se estendeu até o fim do experimento, já sob ar sintético a reação de formação de CO_2 e H_2O terminou abaixo de 570°C .

A atmosfera influenciou quanto ao tipo de reação ocorrida na segunda etapa de decomposição, onde ocorreram duas etapas consecutivas com pico da DTA referente a eventos endotérmicos, já sob ar sintético as duas etapas consecutivas foram referentes a eventos exotérmicos.

A maior perda de massa ocorreu na segunda etapa de decomposição para ambas as atmosferas com percentuais próximos de 44 %.

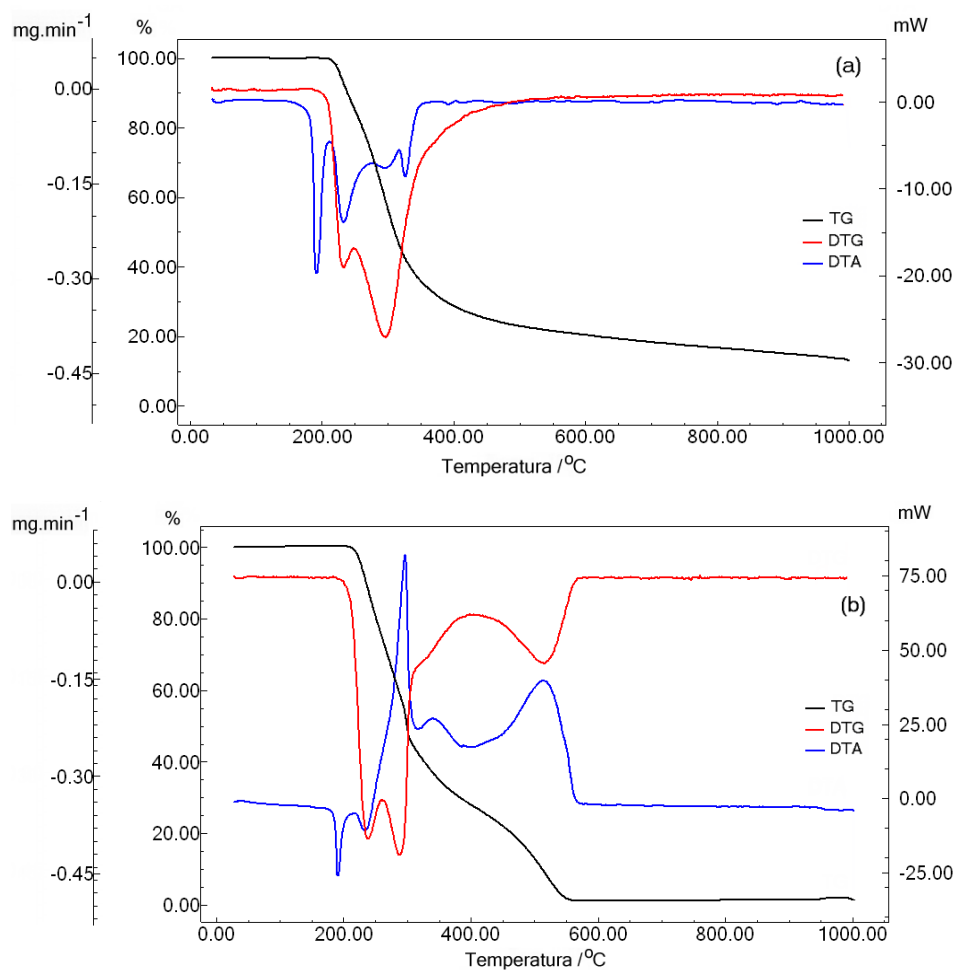


Figura 5.9 - Curvas TG, DTG e DTA do padrão de sacarose em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.5 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do padrão de sacarose em atmosfera de N₂ e ar.

Atmosfera		Evento		DTA		TG
		Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%
Nitrogênio	1	fusão	185- 200	191	endotérmica	-
	2	decomposição	220 - 265	234	endotérmica	22,8
	3	decomposição	265 - 359	294/326	endotérmica	43,7
	4	decomposição	359 - 1000	-	-	21,0
ar sintético	1	fusão	185- 201	191	endotérmica	-
	2	decomposição	222 - 261	234	endotérmica	25,8
	3	decomposição	261 - 384	297/341	exotérmica	44,9
	4	decomposição	407 - 562	512	exotérmica	28,4

5.1.1.10 Análise DSC do padrão de sacarose

A Figura 5.10 mostra a curva DSC do padrão de sacarose em atmosfera de N_2 e razão de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$, onde observou-se um pico endotérmico correspondente à fusão em $188\text{ }^{\circ}\text{C}$, com calor de $+126\text{ J/g}$; seguido por um pico endotérmico em $226\text{ }^{\circ}\text{C}$, com calor de $+180\text{ J/g}$ referente à decomposição. Estes eventos ocorreram em temperaturas próximas daquelas observadas na curva DTA da sacarose.

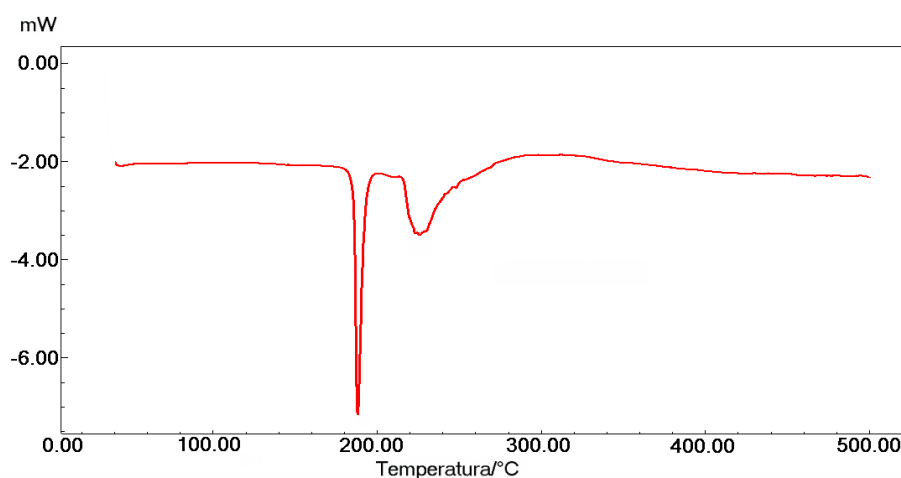


Figura 5.10 - Curva DSC do padrão de sacarose em atmosfera de N_2 , vazão de gás de $50\text{ mL}.\text{min}^{-1}$, massa da amostra de 1 mg , suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$.

5.1.2 Análise TG, DTG, DTA e DSC dos adoçantes artificiais

5.1.2.1 Análise TG, DTG e DTA do padrão de aspartame

A Figura 5.11 mostra as curvas TG, DTG e DTA do padrão de aspartame em atmosferas de N_2 (a) e ar (b). Na Tabela 5.6 encontram-se os valores das temperaturas iniciais, finais e de pico, assim como as perdas de massa.

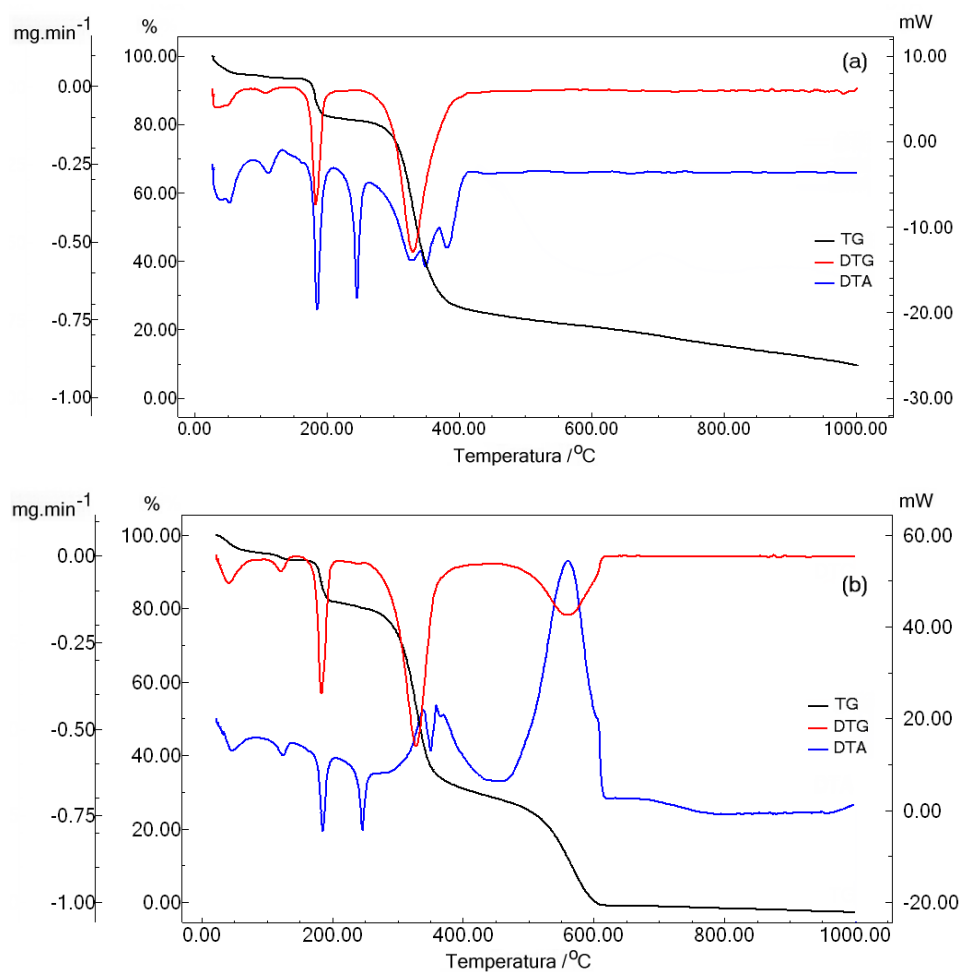


Figura 5.11 - Curvas TG, DTG e DTA do padrão de aspartame em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.6 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do padrão de aspartame em atmosfera de N₂ e ar.

Atmosfera	Evento		DTA		TG	
	Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%	
Nitrogênio	1	umidade	27 - 83	53	endotérmica	5,6
	2	desidratação	83 - 129	112	endotérmica	0,9
	3	decomposição	158 - 206	185	endotérmica	11,4
	4	fusão	225 - 252	246	endotérmica	1,2
	5	decomposição	252 - 422	328/350/381	endotérmica	55,5
	6	decomposição	422 - 1000	-	-	15,8
ar sintético	1	umidade	28 - 83	47	endotérmica	4,6
	2	desidratação	83 - 137	123	endotérmica	1,8
	3	decomposição	170 - 201	185	endotérmica	11,5
	4	fusão	228 - 253	246	endotérmica	1,5
	5	decomposição	253 - 445	340/359	exotérmica	50,1
	6	decomposição	445 - 611	561	exotérmica	30,4

As curvas TG, DTG, DTA realizadas em atmosferas de nitrogênio e ar sintético para o aspartame apresentaram seis eventos, estando de acordo com os resultados apresentados por Simêncio (2005) e Carvalho (2007).

No primeiro evento, as temperaturas de picos foram próximas nas duas atmosferas, sendo referentes à perda de umidade. O segundo evento apresentou temperatura de pico um pouco mais baixa sob nitrogênio, sendo referente à desidratação. No terceiro evento houve influência da atmosfera na temperatura inicial decomposição do aspartame, que foi um pouco mais baixa sob atmosfera de nitrogênio (158 °C). Este evento também foi observado por Conceição (2005), atribuindo-o estequiometricamente a volatilização do metanol. O quarto evento, que ocorreu devido à fusão da dicetopiperazina (produto da decomposição do aspartame descrito por Conceição (2005), apresentou a mesma temperatura de pico em ambas as atmosferas (246 °C). No quinto evento onde observou-se a decomposição da dicetopiperazina, segundo Conceição (2005) causada pela liberação da fenilalanina metil éster, sob atmosfera de nitrogênio observaram-se três eventos consecutivos endotérmicos na curva DTA, enquanto sob atmosfera de ar sintético foram observados apenas dois eventos consecutivos, sendo exotérmicos. A última etapa de decomposição foi atribuída por Conceição (2005) como a decomposição do 5-benzil, onde sob nitrogênio se estendeu

até o final do experimento, já em atmosfera de ar devido à presença do oxigênio, a etapa foi mais efetiva e terminou próximo de 600 °C.

Sob nitrogênio, todos os eventos apresentaram picos endotérmicos, enquanto sob atmosfera de ar os picos referentes ao quinto e sexto eventos foram exotérmicos.

A maior perda de massa ocorreu no quinto evento nas duas atmosferas com percentuais próximos de 50 %.

5.1.2.2 Análise DSC do padrão de aspartame

A Figura 5.12 mostra a curva DSC do padrão de aspartame em atmosfera de N₂ e razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹, onde observou-se: um pico endotérmico correspondente à perda de umidade em 58 °C, com calor de +130 J/g; um pico endotérmico em 124 °C, com calor de +14 J/g referente à desidratação; um pico endotérmico em 184 °C, com calor de +124 J/g referente à decomposição do aspartame; a fusão do produto de decomposição do aspartame (dicetopiperazina) em 243 °C, com calor de +109 J/g; e um pico endotérmico em 317 °C, com calor de +226 J/g, referente à primeira etapa de decomposição da dicetopiperazina. Estes eventos se apresentaram em temperaturas próximas daquelas obtidas na curva DTA do aspartame.

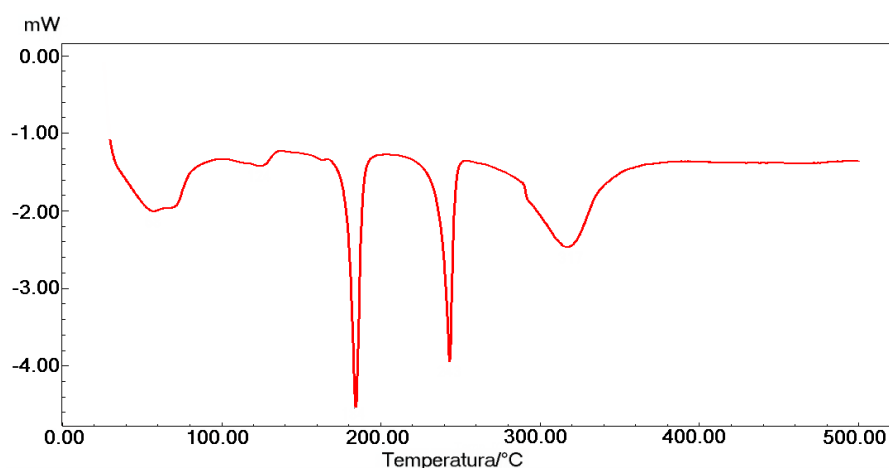


Figura 5.12 - Curva DSC do padrão de aspartame em atmosfera de N₂, vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

5.1.2.3 Análise TG, DTG e DTA do padrão de ciclamato de sódio

A Figura 5.13 mostra as curvas TG, DTG e DTA do padrão de ciclamato de sódio em atmosferas de N₂ (a) e ar (b). Os dados referentes às temperaturas iniciais, temperaturas finais e temperatura de pico, como também as perdas de massa encontram-se na Tabela 5.7.

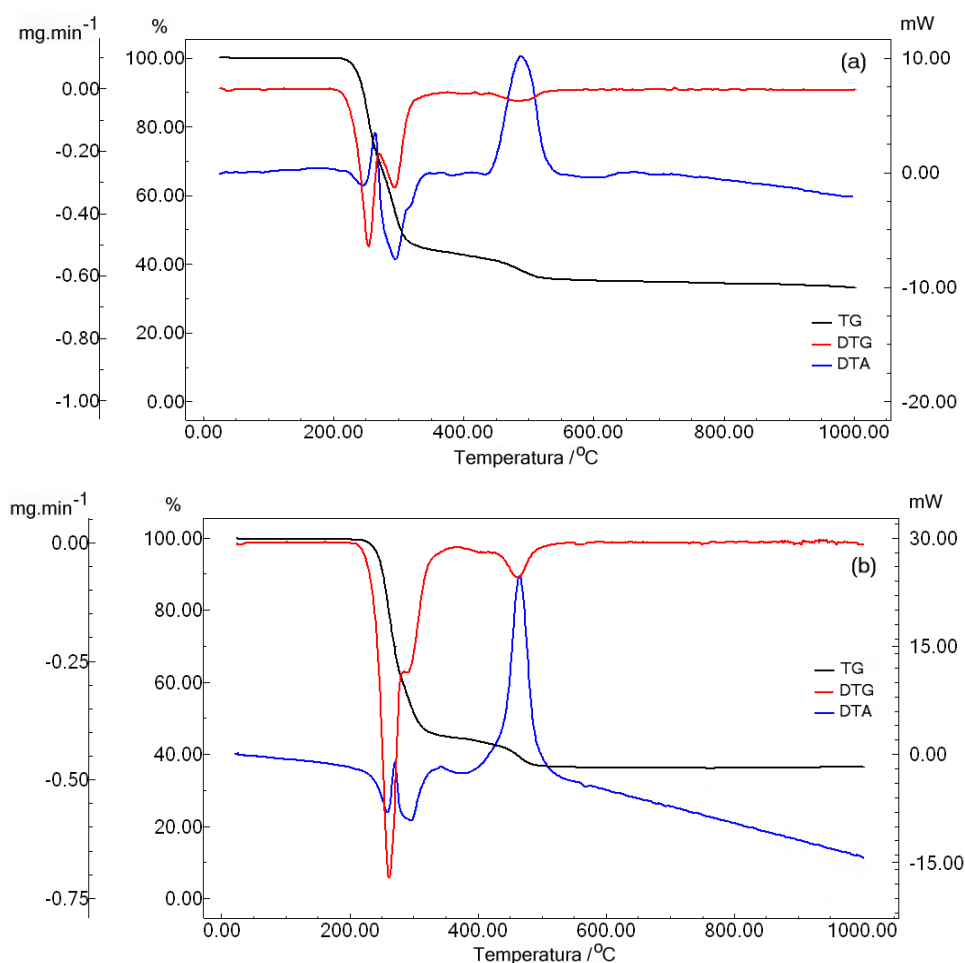


Figura 5.13 - Curvas TG, DTG e DTA para o padrão de ciclamato de sódio em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.7 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do padrão de ciclamato de sódio em atmosfera de N₂ e ar.

Atmosfera		Evento	DTA		TG
			Intervalo/°C	Pico/°C	Reação
Nitrogênio	1	desidratação	28 - 198	-	-
	2	decomposição	198 - 270	242/260	endo/exo
	3	decomposição	270 - 338	294	endotérmica
	4	decomposição	440 - 536	489	exotérmica

ar sintético	1	desidratação	26 - 214	-	-
	2	decomposição	214 - 272	259	endotérmica
	3	decomposição	272 - 336	296	endotérmica
	4	decomposição	336 - 510	465	exotérmica

Comparando-se os experimentos realizados nas duas atmosferas para o ciclamato de sódio percebeu-se que em ambas ocorreram a desidratação seguida por três etapas de decomposição, onde os resultados foram próximos daqueles apresentados por Carvalho (2007).

Observou-se que houve influência da atmosfera na temperatura inicial de decomposição do ciclamato, pois foi um pouco mais baixa sob nitrogênio (198 °C). A terceira etapa de decomposição foi mais rápida sob ar sintético devido à presença do oxigênio, terminando em 510 °C.

Os picos das curvas DTA apresentaram perfis semelhantes nas duas atmosferas, com exceção da primeira etapa de decomposição que sob nitrogênio apresentou dois picos consecutivos (endotérmico e exotérmico), enquanto sob ar apresentou apenas um (endotérmico).

A maior perda de massa ocorreu no segundo evento em ambas as atmosferas com percentuais próximos de 30 %.

5.1.2.4 Análise DSC do padrão de ciclamato de sódio

A Figura 5.14 mostra a curva DSC do padrão de ciclamato de sódio em atmosfera de N₂, que apresentou um pico endotérmico em 219 °C, com calor de +19 J/g, um pico exotérmico em 236 °C, com calor de -26 J/g e um pico endotérmico em 286

°C, com calor de +513 J/g; correspondentes às etapas de decomposição do ciclamato. Estes eventos foram observados em temperaturas próximas àsquelas obtidas na curva DTA do ciclamato de sódio.

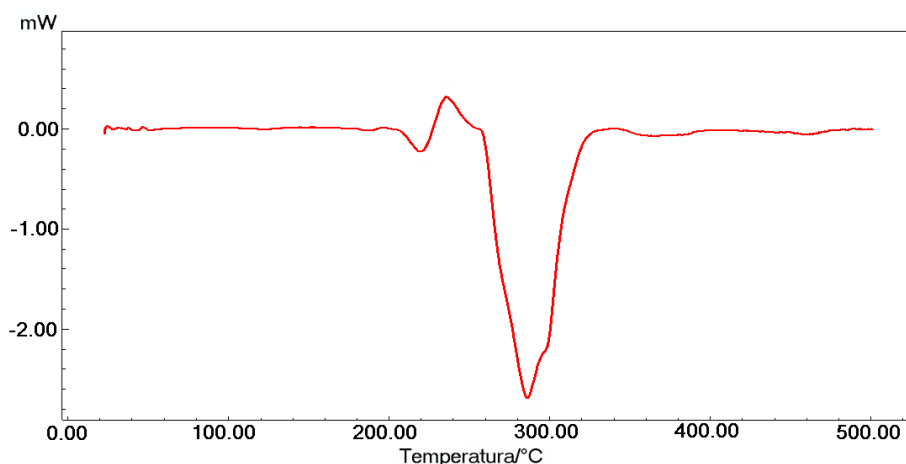


Figura 5.14 - Curva DSC do padrão de ciclamato de sódio em atmosfera de N₂, vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

5.1.2.5 Análise TG, DTG e DTA do padrão de sacarina sódica

A Figura 5.15 mostra as curvas TG, DTG e DTA do padrão de sacarina sódica em atmosferas de N₂ (a) e ar (b). Os dados referentes às temperaturas iniciais, temperaturas finais e temperatura de pico, como também as perdas de massa encontram-se na Tabela 5.8.

Comparando as curvas TG, DTG e DTA realizadas em atmosferas de N₂ e ar sintético para a sacarina sódica observou-se seis eventos: perda de umidade, desidratação, fusão e três etapas de decomposição. A fusão ocorreu em 364 °C em ambas as atmosferas. A decomposição da sacarina sódica iniciou um pouco mais rápida sob ar sintético, começando em 435 °C. A etapa de formação do resíduo final se estendeu até o fim da análise em ambas as atmosferas.

Os picos das curvas DTA apresentaram os mesmos perfis nas duas atmosferas, com exceção da segunda etapa de decomposição que apresentou um pico endotérmico sob nitrogênio e exotérmico sob ar sintético.

A maior perda de massa ocorreu na primeira etapa de decomposição sob atmosfera de nitrogênio e na segunda sob atmosfera de ar com percentuais próximos de 30 %.

Estes resultados estão em concordância com os descritos por Naumov (2000) e Carvalho (2007).

Os eventos observados na curva DTA realizada em atmosfera de nitrogênio apresentaram temperaturas de picos similares aos da curva DSC da sacarina sódica.

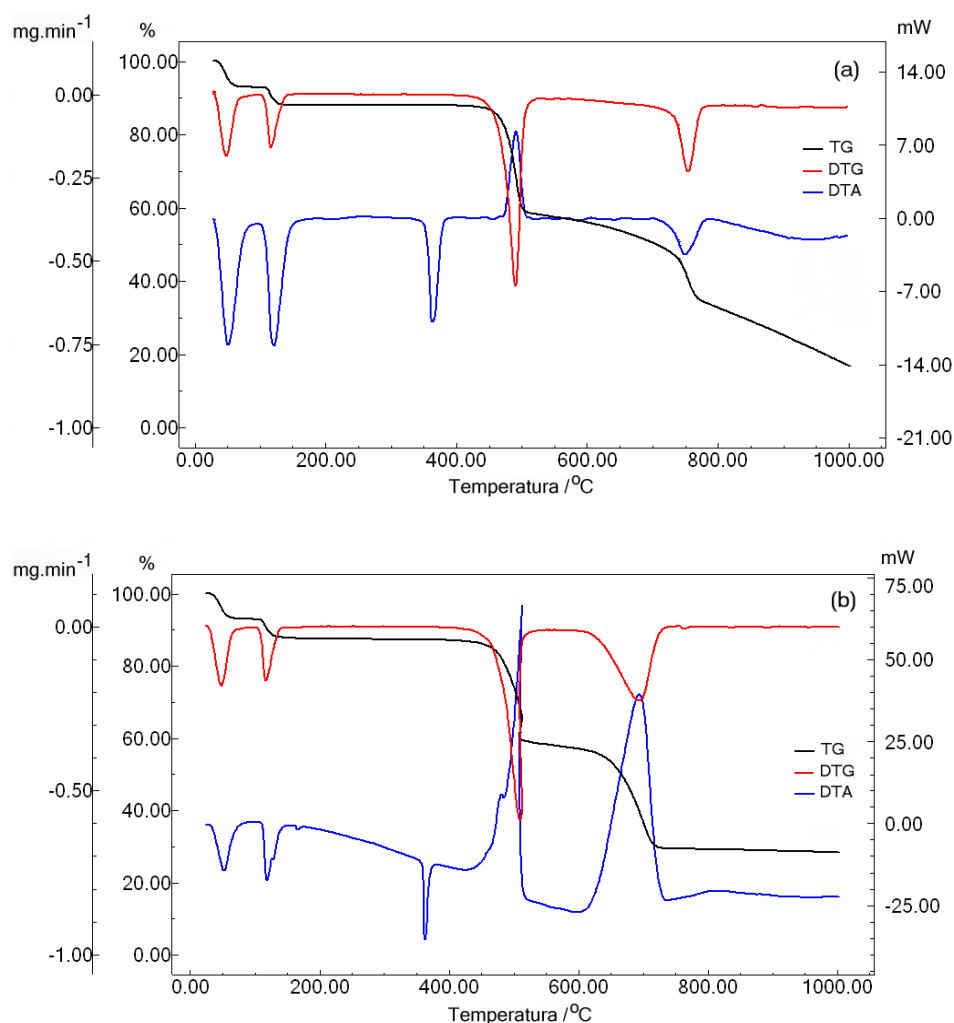


Figura 5.15 - Curvas TG, DTG e DTA para o padrão de sacarina sódica em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.8 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do padrão de sacarina sódica em atmosfera de N₂ e ar.

Atmosfera	Evento		DTA		TG	
	Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%	
Nitrogênio	1	umidade	32 - 79	51	endotérmica	7,2
	2	desidratação	101 - 145	121	endotérmica	5,1
	3	fusão	357 - 373	364	endotérmica	-
	4	decomposição	466 - 506	490	exotérmica	28,7
	5	decomposição	716 - 776	755	endotérmica	23,5
	6	decomposição	776 - 1000	-	-	16,9
ar sintético	1	umidade	32 - 79	53	endotérmica	7,2
	2	desidratação	113 - 142	119	endotérmica	5,2
	3	fusão	359 - 371	364	endotérmica	-
	4	decomposição	435 - 513	512	exotérmica	28,5
	5	decomposição	620 - 725	694	exotérmica	29,8
	6	decomposição	725 - 1000	-	-	1,3

5.1.2.6 Análise DSC do padrão de sacarina sódica

A Figura 5.16 mostra a curva DSC do padrão de sacarina sódica em atmosfera de N₂ e razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹, onde observou-se: dois picos endotérmicos referentes às etapas de desidratação em 53 e 121°C, com calores de reação de 167 e 158 j/g; um pico endotérmico em 356 °C, com calor de reação de +118 j/g, referente à fusão da sacarina sódica; e um pico exotérmico em 487 °C, com calor de reação de +290 j/g correspondente à primeira etapa de decomposição. Estes eventos foram observados em temperaturas próximas àquelas encontradas na curva DTA da sacarina sódica.

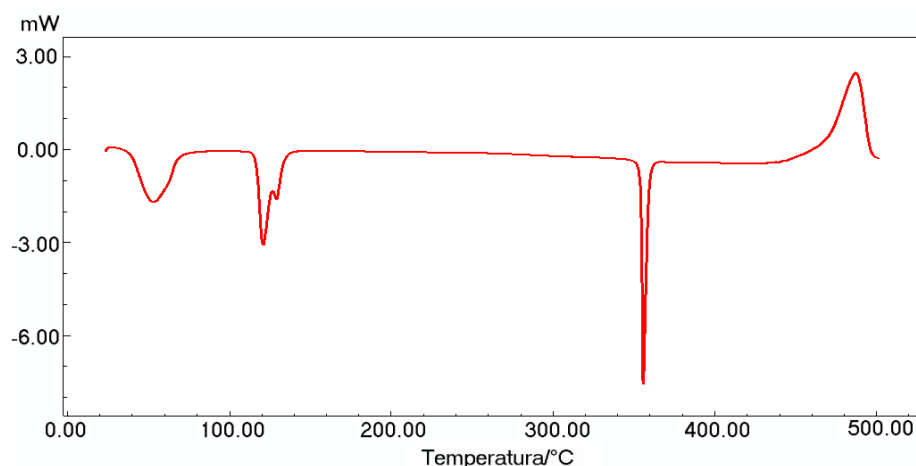


Figura 5.16 - Curva DSC do padrão de sacarina sódica em atmosfera de N_2 , vazão de gás de $50 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de $10^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$.

5.1.3 Análise TG, DTG, DTA e DSC dos adoçantes comerciais

5.1.3.1 Análise TG, DTG e DTA do adoçante A

A Figura 5.17 mostra as curvas TG, DTG e DTA do adoçante A em atmosferas de N_2 (a) e ar (b). Os dados referentes às temperaturas iniciais, temperaturas finais e temperatura de pico, como também as perdas de massa encontram-se na Tabela 5.9.

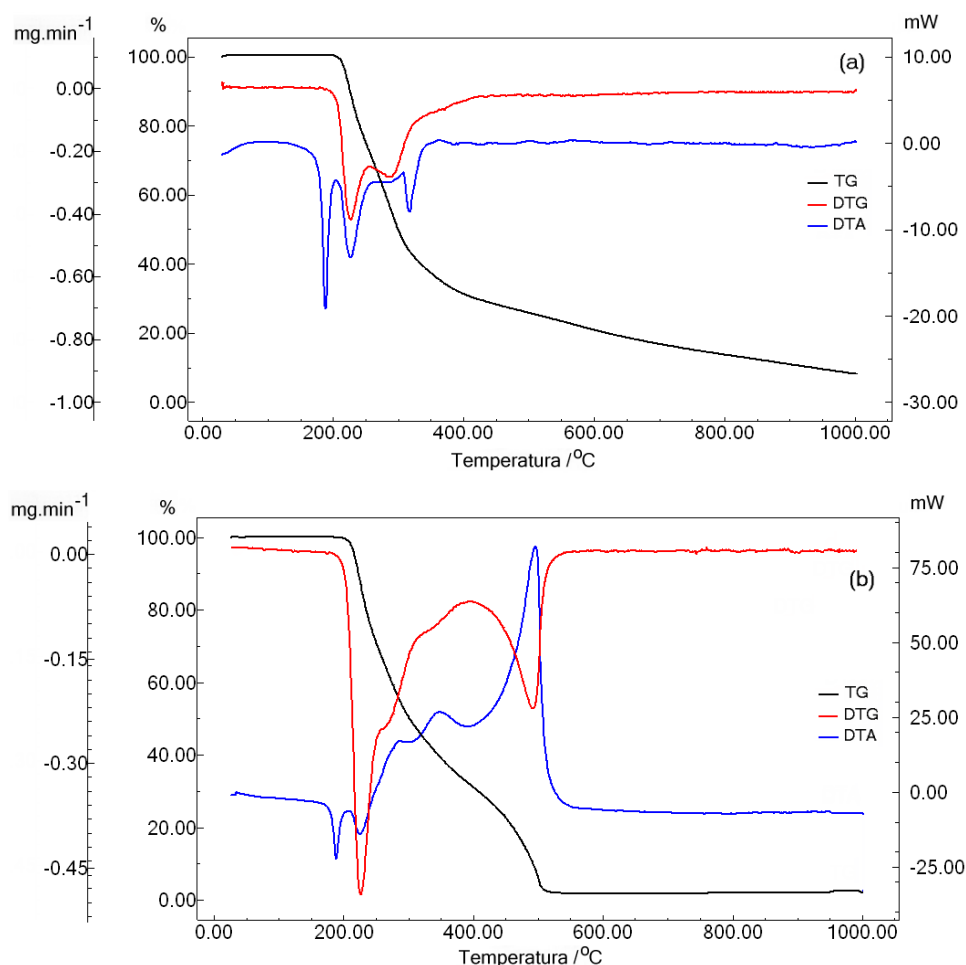


Figura 5.17 - Curvas TG, DTG e DTA do adoçante A em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹.

Tabela 5.9 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante A em atmosferas de N₂ e ar.

Evento		DTA		TG	
	Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%
Nitrogênio	1 fusão	176 - 196	189	endotérmica	-
	2 decomposição	213 - 253	227	endotérmica	26,6
	3 decomposição	253 - 344	306/318	endotérmica	35,0
	4 decomposição	344 - 1000	-	-	30,5

ar sintético	1 fusão	178 - 198	189	endotérmica	-
	2 decomposição	208 - 277	226	endotérmica	40,6
	3 decomposição	312 - 378	348	exotérmica	24,8
	4 decomposição	416 - 507	496	exotérmica	32,2

Ao se comparar as análises realizadas em atmosferas de nitrogênio e ar sintético para o adoçante A percebeu-se que ambas apresentaram um pico endotérmico

na curva DTA em 189 °C que não encontra associação na curva TG, pois o evento não apresentou perda de massa. Dessa maneira indicando tratar-se da fusão da sacarose (191 °C) conforme a Figura 5.9, já que este é o componente majoritário presente nesse adoçante. Na sequência verificou-se três etapas de decomposição; a primeira e a segunda indicam ocorrer devido à etapas de decomposição da sacarose e/ou ciclamato, de acordo com as Figuras 5.9 e 5.13. As temperaturas iniciais de decomposição foram próximas de 210 °C nas duas atmosferas. Na terceira etapa, a formação do resíduo carbonáceo foi mais rápida sob atmosfera de ar, terminando próximo de 510 °C, quando sob atmosfera de nitrogênio se estendeu até o fim da análise.

A diferença no tipo de reação apareceu na segunda etapa de decomposição que, sob atmosfera nitrogênio foi endotérmica e sob ar foi exotérmica.

Houve maior perda de massa na primeira etapa em atmosfera de ar sintético (40,6 %) e na segunda etapa sob nitrogênio (35,0 %).

5.1.3 .2 Análise DSC do adoçante A

A Figura 5.18 mostra a curva DSC do adoçante A em atmosfera de N₂ e razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹, onde observou-se um pico endotérmico em 186 °C, com calor de +125 j/g, indicando tratar-se da fusão da sacarose de acordo com a Figura 5.10. Em seguida ocorreu um pico endotérmico em 220 °C, com calor de +153 j/g, referente à decomposição da sacarose e/ou do ciclamato, conforme as Figuras 5.10 e 5.14. Estes eventos também foram observados na curva DTA deste adoçante.

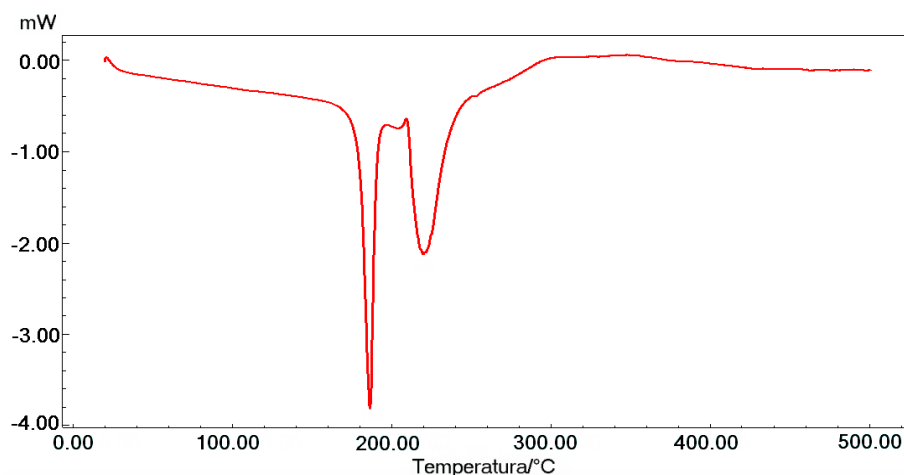


Figura 5.18 - Curva DSC do adoçante A em atmosfera de N₂, vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

5.1.3.3 Análise TG, DTG e DTA do adoçante B

A Figura 5.19 mostra as curvas TG, DTG e DTA do adoçante B em atmosferas de N₂ (a) e ar (b). Os dados referentes às temperaturas iniciais, temperaturas finais e temperatura de pico, como também as perdas de massa encontram-se na Tabela 5.10.

Ao analisar as curvas realizadas em atmosferas de nitrogênio e ar sintético para o adoçante B observou-se que ambas possuem um pico endotérmico na curva DTA em 148 °C referente à desidratação, temperatura esta que indica tratar-se da desidratação da lactose (150 °C) de acordo com a Figura 5.7; um pico endotérmico em 180 °C, o qual indica ser referente à decomposição do aspartame que de acordo com a Figura 5.11 foi em 185 °C. Na sequência ocorreram dois picos endotérmicos consecutivos, o primeiro em 214 °C nas duas atmosferas e o segundo em 230 °C sob nitrogênio e 234°C sob ar. Estes eventos também ocorreram na curva da lactose, que é o componente principal deste adoçante. Em seguida verificou-se duas etapas de decomposição que conforme observado nas Figuras 5.7 e 5.11 indicam ser referentes às etapas de decomposição da lactose e/ou dicetopiperazina. As temperaturas iniciais de decomposição foram próximas de 160 °C nas duas atmosferas. A etapa de formação do resíduo carbonáceo se prolongou até o fim do experimento realizado sob nitrogênio, enquanto sob atmosfera de ar terminou próximo de 520 °C.

A diferença no tipo de reação foi percebida na segunda etapa de decomposição que, sob atmosfera nitrogênio foi endotérmica e sob ar foi exotérmica.

Houve maior perda de massa na segunda etapa de decomposição em atmosfera de ar sintético (37,3 %) e na terceira etapa sob nitrogênio (40,3 %).

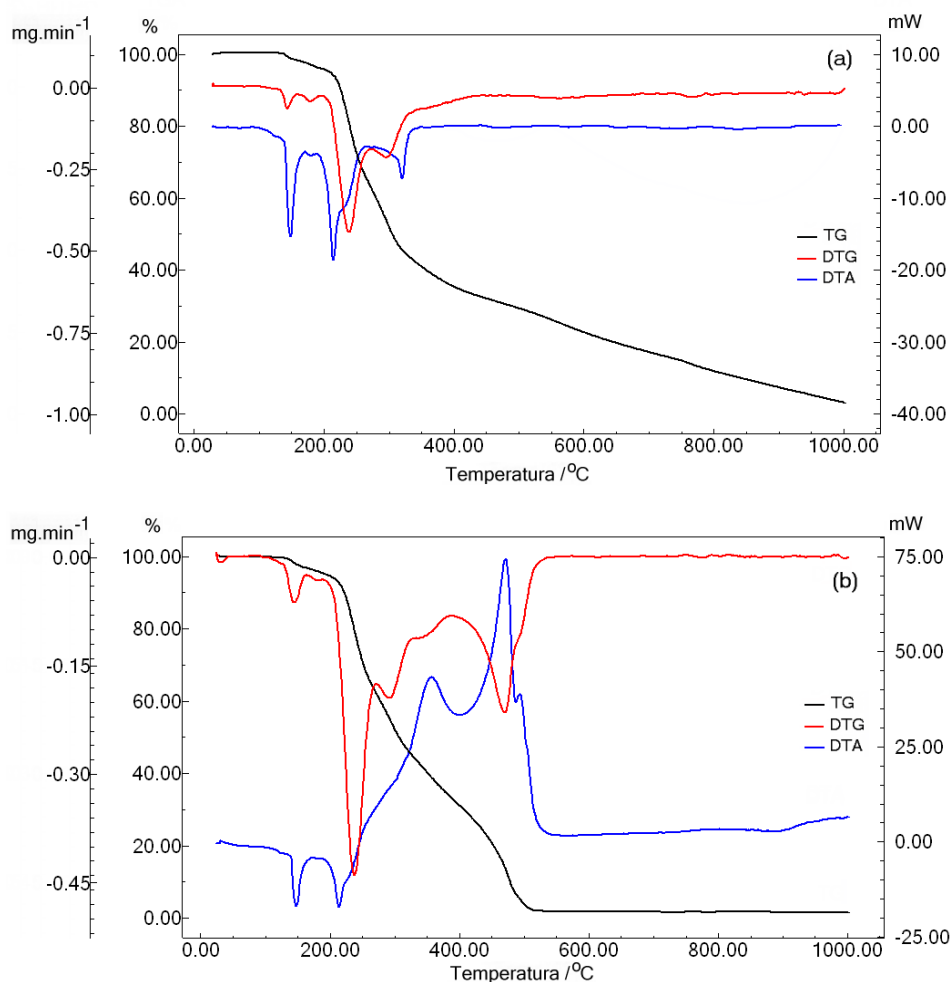


Figura 5.19 - Curvas TG, DTG e DTA do adoçante B em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.10 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante B em atmosfera de N₂ e ar.

Evento		DTA		TG	
	Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%
Nitrogênio	1 desidratação	138 - 163	148	endotérmica	2,1
	2 decomposição	163 - 198	180	endotérmica	2,3
	3 fusão/dec	198 - 254	214/230	endotérmica	25,5
	4 decomposição	254 - 333	321	endotérmica	26,9
	5 decomposição	333 - 1000	-	-	40,3

ar sintético	1 desidratação	125 - 166	148	endotérmica	3,4
	2 decomposição	166 - 197	180	endotérmica	1,8
	3 fusão/dec	197 - 250	214/234	endotérmica	25,6
	4 decomposição	250 - 387	357	exotérmica	37,3
	5 decomposição	387 - 518	472	exotérmica	31,8

5.1.3.4 Análise DSC do adoçante B

A Figura 5.20 mostra a curva DSC do adoçante B em atmosfera de N₂ e razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹, onde observou-se um pico endotérmico em 147 °C, com calor de +107 J/g, o qual indica ser referente à desidratação da lactose de acordo com a Figura 5.8. Em seguida ocorreram dois picos consecutivos endotérmicos em 213 e 227 °C, com calores de +77 e +41 J/g, que indicam ser da fusão e subsequente decomposição da lactose. Estes eventos também foram observados na curva DTA deste adoçante.

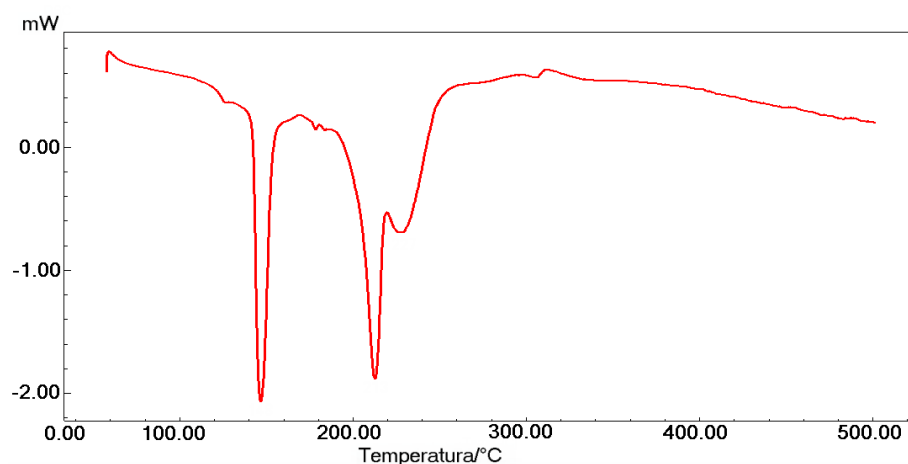


Figura 5.20 - Curva DSC do adoçante B em atmosfera de N₂, vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

5.1.3.5 Análise TG, DTG e DTA do adoçante C

A Figura 5.21 mostra as curvas TG, DTG e DTA do adoçante C em atmosferas de N₂ (a) e ar (b). Os dados referentes às temperaturas iniciais, temperaturas finais e temperatura de pico, como também as perdas de massa encontram-se na Tabela 5.11.

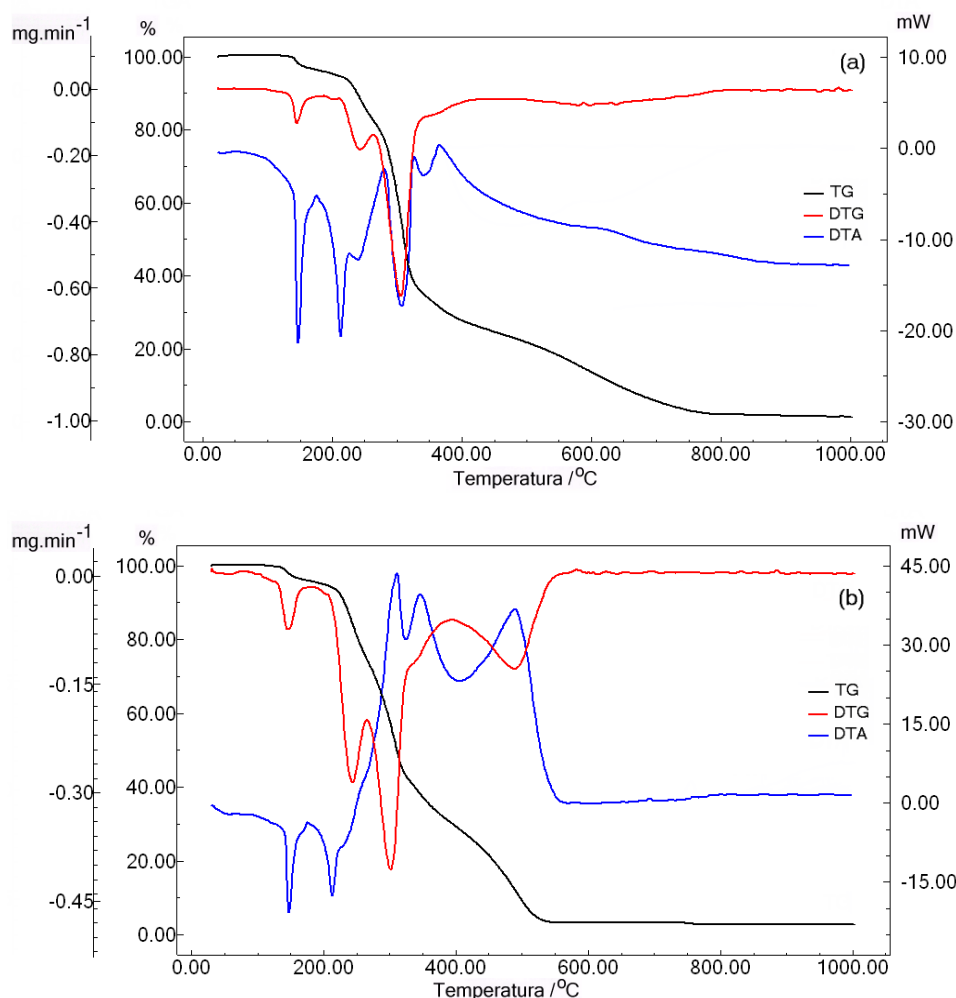


Figura 5.21 - Curvas TG, DTG e DTA do adoçante C em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.11 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante C em atmosfera de N₂ e ar.

Evento			DTA		TG	
	Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%	
Nitrogênio	1	desidratação	139 - 169	148	endotérmica	3,5
	2	fusão/dec	169 - 277	213/240	endotérmica	17,8
	3	decomposição	277 - 362	308/341	endotérmica	40,6
	4	decomposição	362 - 792	-	-	30,0
ar sintético	1	desidratação	124 - 175	148	endotérmica	4,2
	2	fusão/dec	175 - 255	213/240	endotérmica	17,5
	3	decomposição	255 - 391	311/346	exotérmica	47,5
	4	decomposição	391 - 550	489	exotérmica	27,9

Comparando-se as análises realizadas em atmosferas de nitrogênio e ar sintético para o adoçante C observou-se que em ambas ocorreram picos endotérmicos na curva DTA em 148 °C que indicam ser referentes à desidratação da lactose de acordo com a Figura 5.7. Na seqüência ocorreram dois picos endotérmicos consecutivos em 213 e 240 °C em ambas as atmosferas. Estas temperaturas foram próximas aquelas observadas na curva da lactose, indicando tratar-se de sua fusão seguida por sua decomposição, já que este se encontra em maior quantidade neste adoçante. Em seguida verificou-se mais duas etapas de decomposição que indicam ser referentes à etapas de decomposição da lactose e/ou da dicetopiperazina, conforme as Figuras 5.7 e 5.11. As temperaturas iniciais de decomposição foram próximas de 218 °C nas duas atmosferas. A etapa de formação do resíduo carbonáceo se prolongou até 792 °C quando realizado sob nitrogênio, enquanto sob atmosfera de ar terminou em 550 °C.

A diferença no tipo de reação foi possível ser visualizada na segunda etapa de decomposição que, sob atmosfera nitrogênio foi endotérmica e sob ar foi exotérmica.

Houve maior perda de massa na segunda etapa de decomposição em ambas as atmosferas com percentuais de 40,6 % sob nitrogênio e 47,5 % sob ar sintético.

5.1.3.6 Análise DSC do adoçante C

A figura 5.22 mostra a curva DSC do adoçante C em atmosfera de N₂ e razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹, onde observou-se: um pico endotérmico em 147 °C, com calor de +158 J/g, que indica ser referente à desidratação da lactose conforme a Figura 5.8; dois picos consecutivos endotérmicos em 211 e 238 °C, com calores de +121 e +62 J/g; e um pico endotérmico em 292 °C, com calor de +38 J/g; que indicam ser da fusão e subseqüentes decomposições da lactose. Estes eventos também foram visualizados na curva DTA deste adoçante.

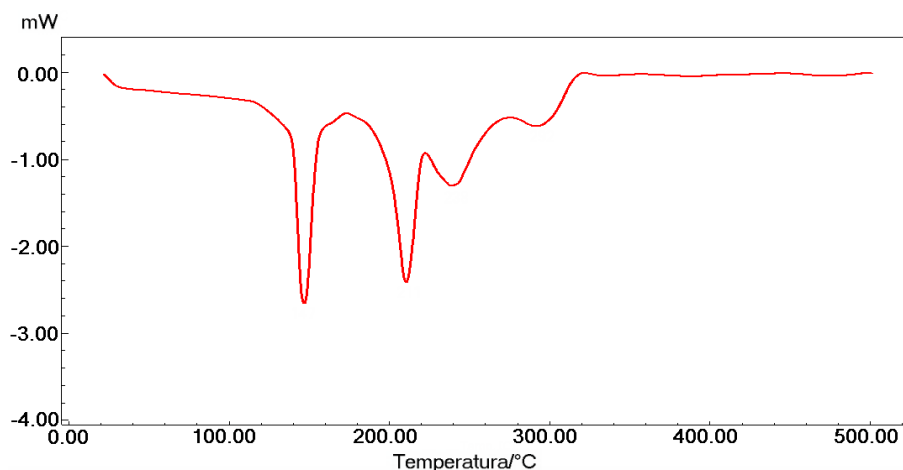


Figura 5.22 - Curva DSC do adoçante C em atmosfera de N₂, vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

5.1.3.7 Análise TG, DTG e DTA do adoçante D

A Figura 5.23 mostra as curvas TG, DTG e DTA do adoçante D em atmosferas de N₂ (a) e ar (b). Os dados referentes às temperaturas iniciais, temperaturas finais e temperatura de pico, como também as perdas de massa encontram-se na Tabela 5.12.

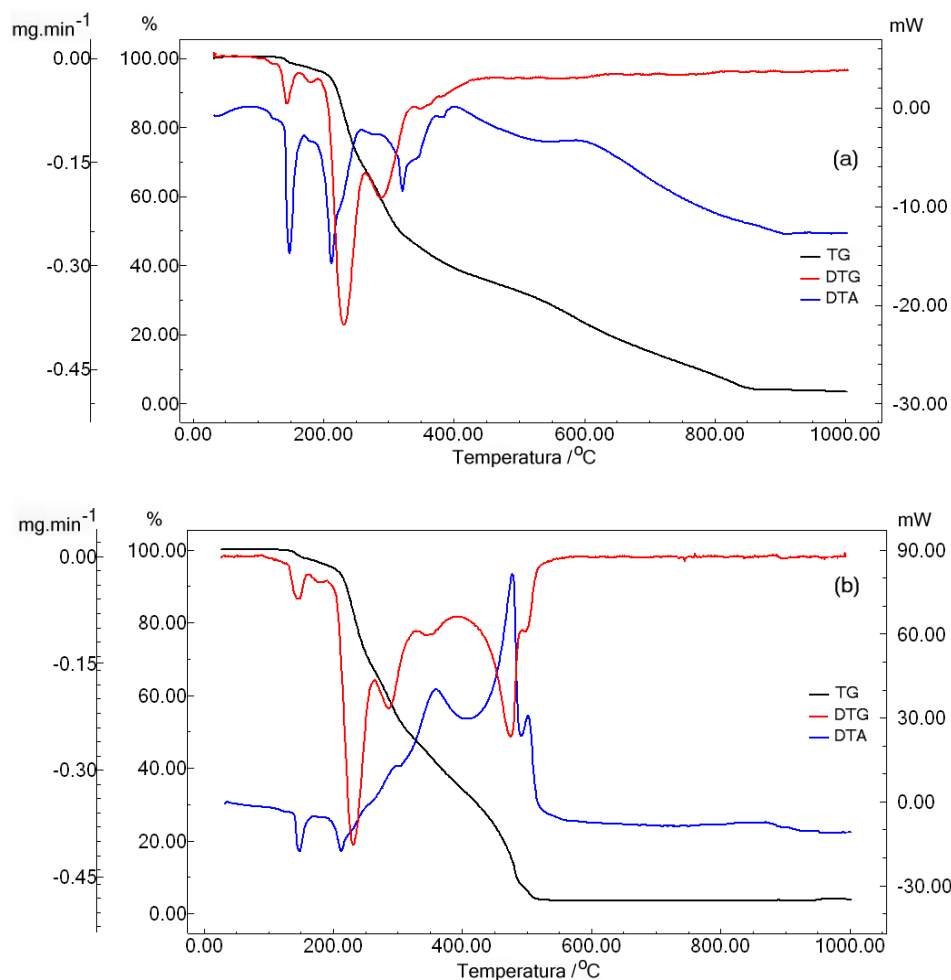


Figura 5.23 - Curvas TG, DTG e DTA do adoçante D em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.12 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante D em atmosfera de N₂ e ar.

Evento			DTA		TG	
	Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%	
Nitrogênio	1	desidratação	141 - 160	148	endotérmica	2,1
	2	decomposição	160 - 193	181	endotérmica	1,9
	3	fusão/dec	193 - 249	212/230	endotérmica	22,1
	4	decomposição	249 - 395	322/348	endotérmica	33,4
	5	decomposição	395 - 875	-	-	35,9
ar sintético	1	desidratação	137 - 163	148	endotérmica	2,4
	2	decomposição	163 - 191	181	endotérmica	1,8
	3	fusão/dec	191 - 260	212/230	endotérmica	27,5
	4	decomposição	260 - 395	288/360	exotérmica	33,1
	5	decomposição	395 - 518	478/502	exotérmica	32,0

Observando-se as curvas do adoçante D notou-se verificou-se que em ambas as atmosferas possuem: um pico endotérmico na curva DTA em 148 °C que indica ser referente à desidratação da lactose (150 °C) de acordo com a Figura 5.7; um pico endotérmico em 181 °C, o qual indica ser referente à decomposição do aspartame de acordo com a Figura 5.11, apesar do mesmo não estar contido no rótulo do adoçante D; dois picos endotérmicos consecutivos nas temperaturas de 212 e 230 °C, sendo estas temperaturas próximas aquelas observadas na curva da lactose, o que indica sua presença neste adoçante; dois picos endotérmicos referentes à decomposições que conforme as Figuras 5.7, 5.11 e 5.13 indicam tratar-se da decomposição da lactose e/ou dicetopiperazina e ciclamato. As temperaturas iniciais de decomposição foram próximas de 160 °C nas duas atmosferas. A etapa de formação do resíduo carbonáceo se prolongou até o fim do experimento realizado sob nitrogênio, enquanto sob atmosfera de ar terminou próximo de 520 °C.

A diferença no tipo de reação ocorreu na segunda etapa de decomposição, sendo endotérmica em atmosfera nitrogênio e exotérmica sob ar.

Houve maior perda de massa na terceira etapa de decomposição em atmosfera nitrogênio (35,9 %) e na segunda etapa sob atmosfera de ar sintético (33,1 %).

5.1.3.8 Análise DSC do adoçante D

A Figura 5.24 mostra a curva DSC do adoçante D em atmosfera de N₂ e razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹, onde observou-se: um pico endotérmico em 148 °C, com calor de +126 J/g, que indica ser referente à desidratação da lactose de acordo com a Figura 5.8; dois picos consecutivos endotérmicos em 210 e 226 °C, com calor de +239 J/g; e um endotérmico em 319 °C, com calor de +33 J/g, que indicam ser da fusão e subseqüentes decomposições da lactose. Estes eventos também foram visualizados na curva DTA deste adoçante.

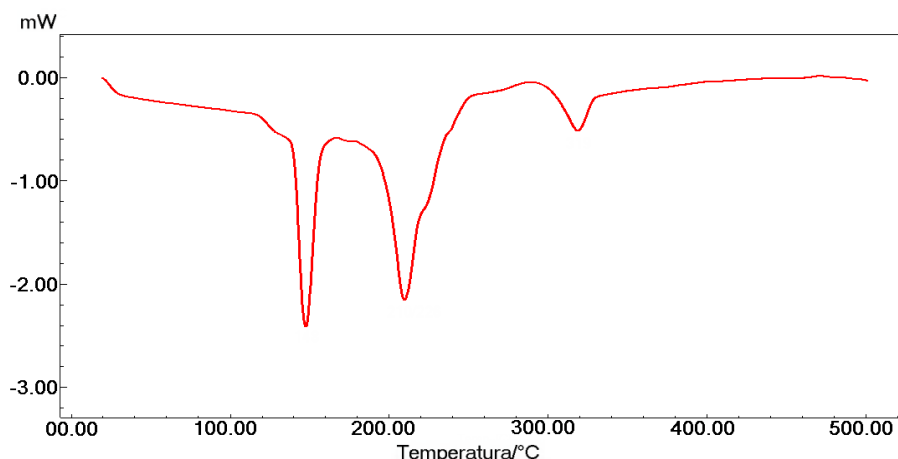


Figura 5.24 - Curva DSC do adoçante D em atmosfera de N₂, vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

5.1.3.9 Análise TG, DTG e DTA do adoçante E

A Figura 5.25 mostra as curvas TG, DTG e DTA do adoçante E em atmosferas de N₂ (a) e ar (b). Os dados referentes às temperaturas iniciais, temperaturas finais e temperatura de pico, como também as perdas de massa encontram-se na Tabela 5.13.

Ao analisar as curvas realizadas em atmosferas de nitrogênio e ar sintético para o adoçante E verificou-se que ambas possuem: um pico endotérmico na curva DTA em 149 °C que indica ser referente à desidratação da lactose de acordo com a Figura 5.7; um pico endotérmico em 181 °C, que indica ser referente à decomposição do aspartame de acordo com a Figura 5.11, apesar deste não ser um dos componentes do adoçante E de acordo com seu rótulo; dois picos endotérmicos consecutivos em temperaturas próximas das observadas na curva da lactose, indicando ser referente à sua fusão seguida por sua decomposição, comprovando assim sua presença neste adoçante. Observou-se também mais duas etapas de decomposição que indicam ser referentes a etapas de decomposição da lactose e/ou dicetopiperazina e ciclamato conforme as Figuras 5.7, 5.11 e 5.13. As temperaturas iniciais de decomposição foram próximas de 165 °C nas duas atmosferas. A etapa de formação do resíduo carbonáceo terminou próximo de 690 °C sob nitrogênio, enquanto sob atmosfera de ar terminou próximo de 520 °C.

Não houve diferença no tipo de reação ocorrida nas duas atmosferas para todos os eventos.

A maior variação de massa foi percebida na terceira etapa de decomposição em ambas as atmosferas, com percentuais próximos de 30,0 %.

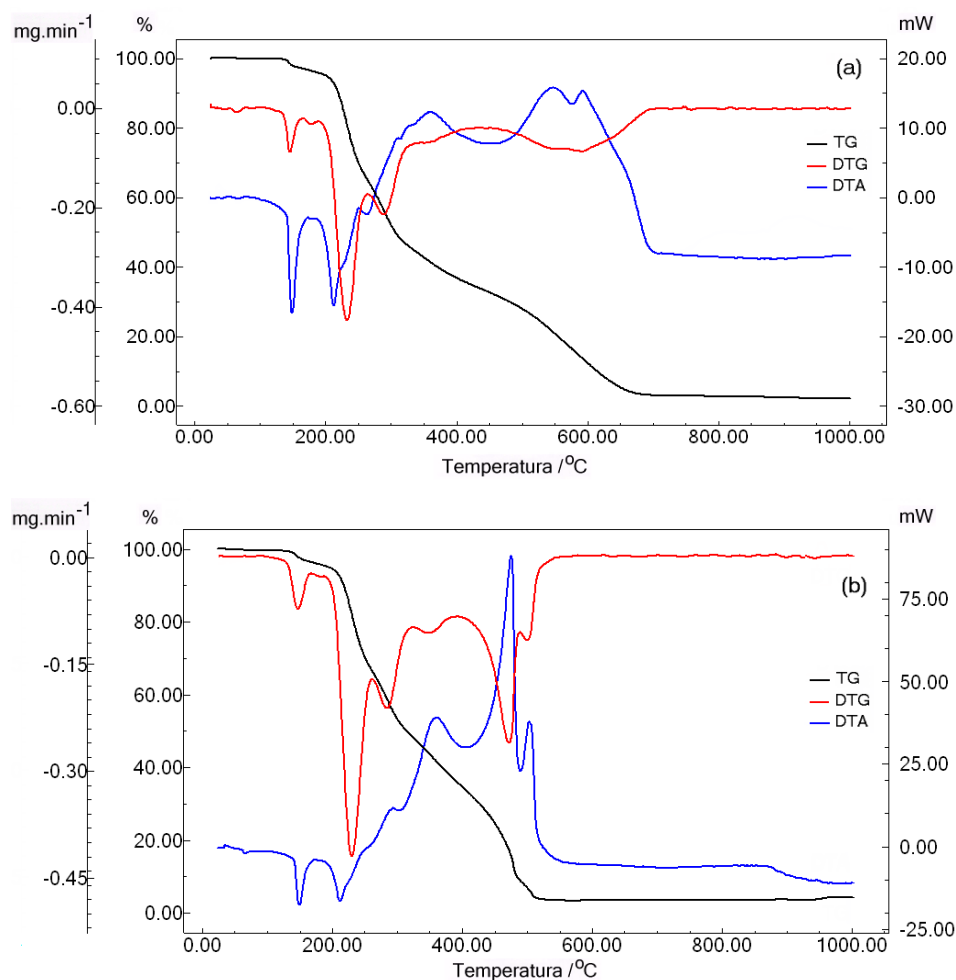


Figura 5.25 - Curvas TG, DTG e DTA do adoçante E em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.13 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante E em atmosfera de N₂ e ar.

Evento		DTA		TG	
	Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%
Nitrogênio	1 desidratação	136 - 164	149	endotérmica	3,5
	2 decomposição	164 - 195	181	endotérmica	1,8
	3 fusão/dec	195 - 250	213/232	endotérmica	24,8
	4 decomposição	250 - 434	288/360	exotérmica	36,8
	5 decomposição	434 - 688	548/593	exotérmica	30,5

ar sintético	1 desidratação	138 - 167	149	endotérmica	3,7
	2 decomposição	167 - 197	181	endotérmica	1,4
	3 fusão/dec	197 - 246	212/230	endotérmica	22,9
	4 decomposição	246 - 394	294/361	exotérmica	36,4
	5 decomposição	394 - 517	476/503	exotérmica	31,9

5.1.3.10 Análise DSC do adoçante E

A Figura 5.26 mostra a curva DSC do adoçante E em atmosfera de N₂ e razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹, onde observou-se um pico endotérmico em 149 °C, com calor de +134 j/g; dois picos consecutivos endotérmicos em 209 e 227 °C, com calor de +268 j/g; os quais indicam ser referentes à desidratação, fusão e subsequente decomposição da lactose de acordo com a Figura 5.8; e um pico exotérmico em 297 °C, com calor de -13 j/g que indica ser referente a uma das etapas de decomposição da lactose e/ou ciclamato, conforme as Figuras 5.8 e 5.14. Estes eventos também foram observados na curva DTA deste adoçante.

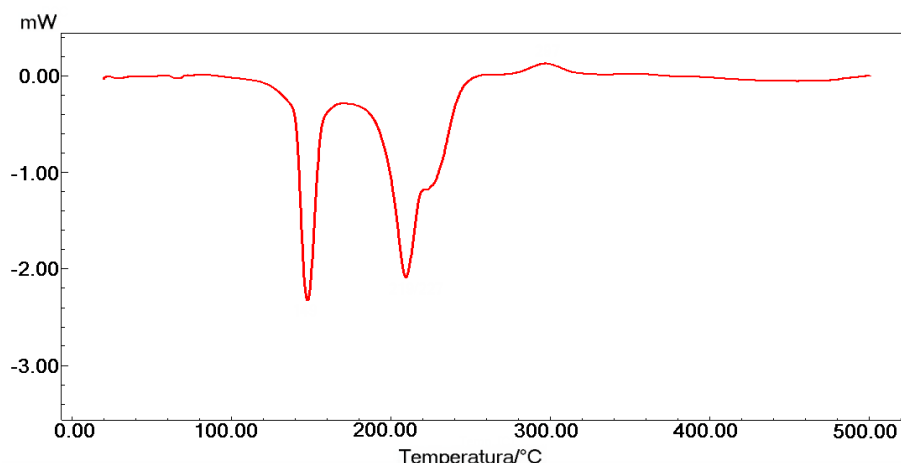


Figura 5.26 - Curva DSC do adoçante E em atmosfera de N₂, vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

5.1.3.11 Análise TG, DTG e DTA do adoçante F

A Figura 5.27 mostra as curvas TG, DTG e DTA do adoçante F em atmosferas de N₂ (a) e ar (b). Os dados referentes às temperaturas iniciais, temperaturas finais e temperatura de pico, como também as perdas de massa encontram-se na Tabela 5.14.

Ao analisar as curvas do adoçante F realizadas nestas atmosferas verificou-se que ambas possuem um pico endotérmico na curva DTA em 188 °C que não possui associação na curva TG, já que o evento não apresentou variação de massa. Sendo assim acreditou-se ser referente à fusão da sacarose conforme a Figura 5.9. Em seguida ocorreram três etapas de decomposição, sendo que a primeira indica ser referente à decomposição da sacarose e a segunda e terceira indicam ser referentes à etapas de decomposição da sacarose e/ou dicetopiperazina conforme as Figuras 5.9 e 5.11. As temperaturas iniciais de decomposição foram próximas de 210 °C nas duas atmosferas. A etapa de formação do resíduo carbonáceo terminou próximo de 850 °C sob nitrogênio, enquanto sob atmosfera de ar terminou próximo de 520 °C.

Houve diferença no tipo de reação na segunda etapa de decomposição, que sob nitrogênio apresentou dois picos consecutivos (endotérmico e exotérmico) e sob ar apenas um exotérmico.

A maior variação de massa foi percebida na segunda etapa de decomposição em ambas as atmosferas, com percentuais próximos de 35,0 %.

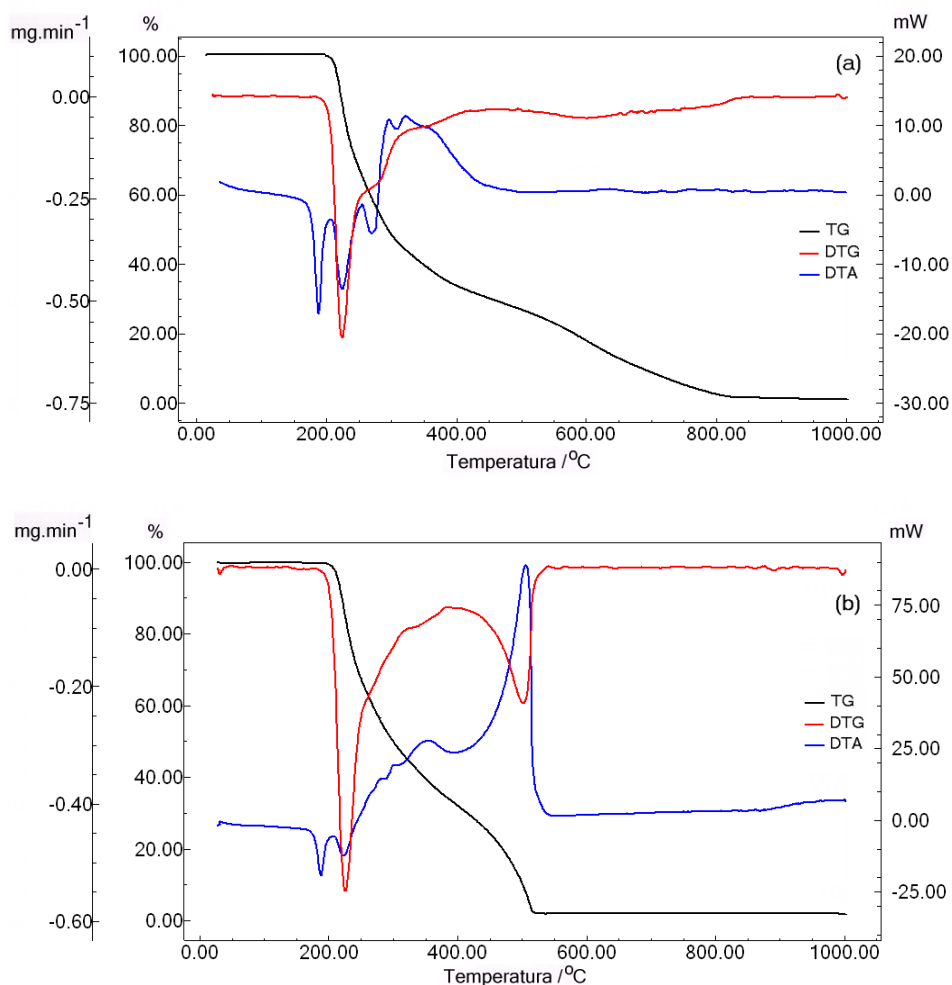


Figura 5.27 - Curvas TG, DTG e DTA do adoçante F em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.14 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante F em atmosfera de N₂ e ar.

Evento		DTA		TG	
	Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%
Nitrogênio	1 fusão	163 - 197	188	endotérmica	-
	2 decomposição	206 - 254	225	endotérmica	33,5
	3 decomposição	254 - 475	270/322	endo /exo	36,8
	4 decomposição	475 - 843	-	-	27,0
ar sintético	1 fusão	172 - 201	188	endotérmica	-
	2 decomposição	212 - 250	223	endotérmica	32,8
	3 decomposição	250 - 388	353	exotérmica	33,5
	4 decomposição	388 - 522	506	exotérmica	31,5

5.1.3.12 Análise DSC do adoçante F

A Figura 5.28 mostra a curva DSC do adoçante F em atmosfera de N_2 e razão de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$, onde observou-se dois picos endotérmicos em 186 e $219\text{ }^{\circ}\text{C}$, com calores de $+135$ e $+151\text{ J/g}$, que indicam ser referentes à fusão e decomposição da sacarose de acordo com a Figura 5.10. Estes eventos também foram visualizados na curva DTA deste adoçante.

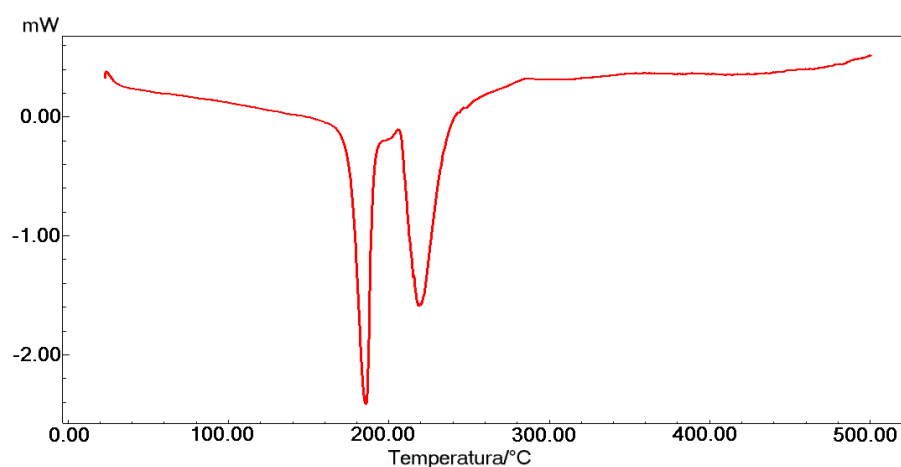


Figura 5.28 - Curva DSC do adoçante F em atmosfera de N_2 , vazão de gás de $50\text{ mL}.\text{min}^{-1}$, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$.

5.1.3.13 Análise TG, DTG e DTA do adoçante G

A Figura 5.29 mostra as curvas TG, DTG e DTA do adoçante G em atmosferas de N_2 (a) e ar (b). Os dados referentes às temperaturas iniciais, temperaturas finais e temperatura de pico, como também as perdas de massa encontram-se na Tabela 5.15.

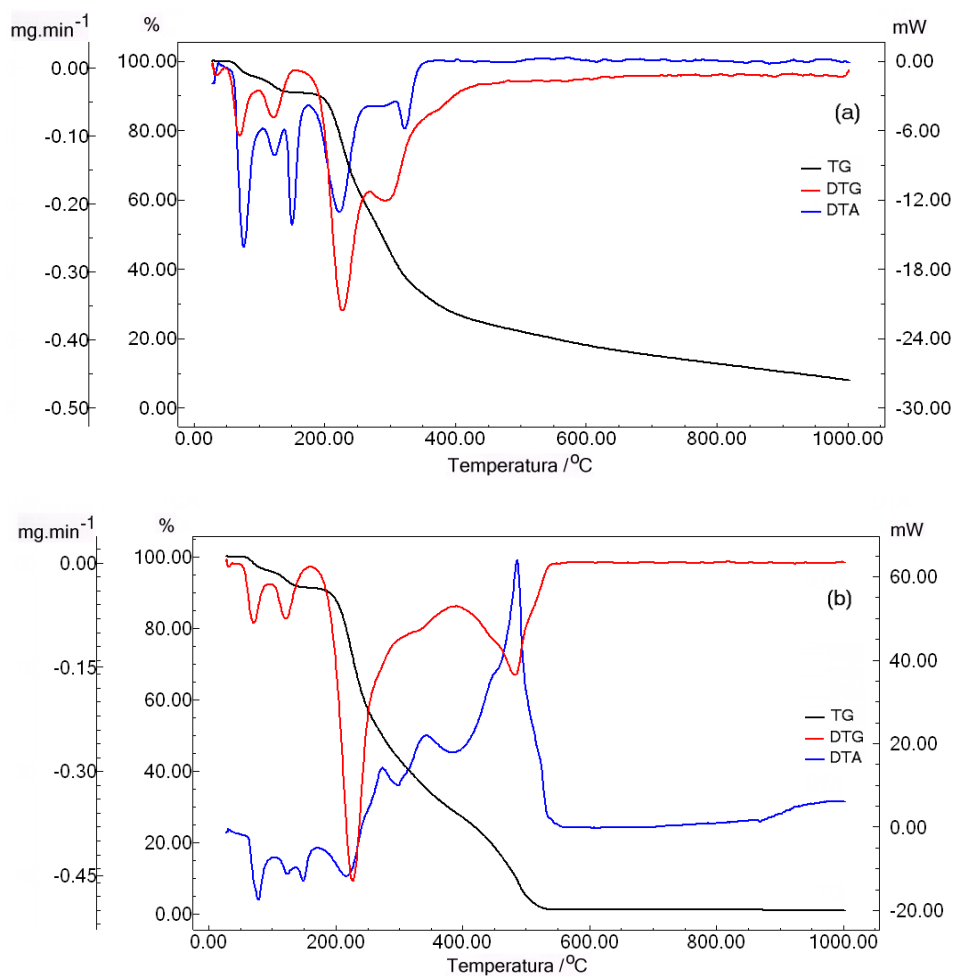


Figura 5.29 - Curvas TG, DTG e DTA do adoçante G em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.15 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante G em atmosfera de N₂ e ar.

Atmosfera	Evento		DTA		TG	
	Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%	
Nitrogênio	1	umidade	60 - 98	76	endotérmica	4,6
	2	desidratação	98 - 135	124	endotérmica	3,7
	3	fusão	142 - 176	150	endotérmica	-
	4	decomposição	176 - 255	223	endotérmica	29,3
	5	decomposição	255 - 348	323	endotérmica	28,4
	6	decomposição	348 - 1000	-	-	26,2
ar sintético	1	umidade	64 - 89	78	endotérmica	3,7
	2	desidratação	89 - 136	124	endotérmica	4,4
	3	fusão	144 - 169	150	endotérmica	-
	4	decomposição	169 - 242	217	endotérmica	30,6
	5	decomposição	242 - 377	274/343	exotérmica	31,4
	6	decomposição	377 - 541	486	exotérmica	28,5

Comparando-se as análises realizadas nestas atmosferas para o adoçante G verificou-se que ambas possuem um pico endotérmico próximo de 75 °C referente à perda de umidade, um pico endotérmico em 124 °C, temperatura esta próxima a de desidratação do aspartame (Figura 5.11) ou da sacarina (Figura 5.15), um pico em 150 °C que não apresentou variação de massa, indicando ser da fusão da glicose, já que esta apresentou fusão em 156 °C (Figura 5.5), e na sequência ocorreram três etapas de decomposição, onde a primeira indica ser referente à decomposição da glicose; a segunda indica ser referente à decomposição da glicose e/ou dicetopiperazina (Figura 5.11); e a terceira indica ser referente à decomposição da glicose e/ou ciclamato (Figura 5.13) e sacarina. As temperaturas iniciais de decomposição foram próximas de 170 °C nas duas atmosferas. A etapa de formação do resíduo carbonáceo se prolongou até o fim do experimento sob nitrogênio, já sob atmosfera de ar terminou próximo de 540 °C.

Houve diferença no tipo de reação na segunda etapa de decomposição, que sob nitrogênio foi endotérmica e sob ar foi exotérmica.

A maior variação de massa foi percebida na primeira etapa de decomposição sob nitrogênio e na segunda etapa sob ar sintético, com percentuais próximos de 30,0 %.

5.1.3.14 Análise DSC do adoçante G

A Figura 5.30 mostra a curva DSC do adoçante G em atmosfera de N₂ e razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹, em que pôde-se observar: um pico endotérmico em 76 °C, com calor de +164 j/g, que de acordo com a Figura 5.6, indica tratar-se da desidratação da glicose; um pico endotérmico em 120 °C, com calor de +25 j/g, que indica ser referente à desidratação do aspartame e da sacarina conforme as Figuras 5.12 e 5.16; dois picos endotérmicos em 150 e 222°C, com calores de +91 e +222 j/g, que indicam ser da fusão e decomposição da glicose. Estes eventos também foram observados na curva DTA deste adoçante.

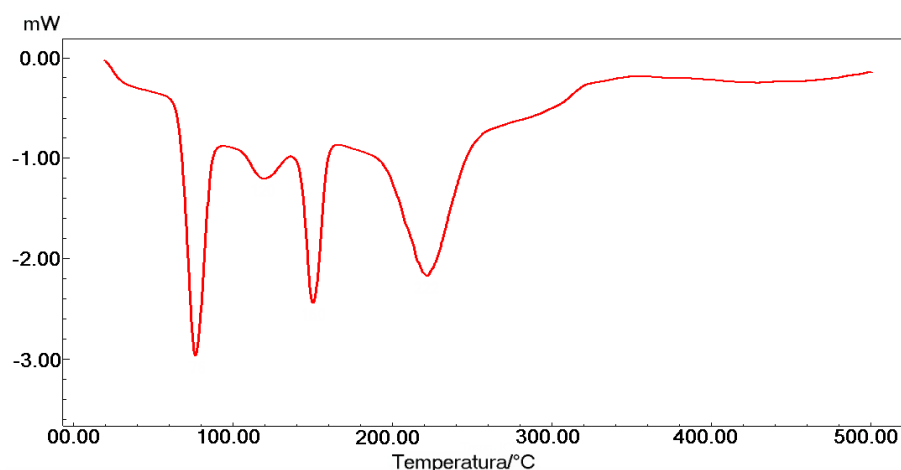


Figura 5.30 - Curva DSC do adoçante G em atmosfera de N₂, vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

5.1.3.15 Análise TG, DTG e DTA do adoçante H

A Figura 5.31 mostra as curvas TG, DTG e DTA do adoçante H em atmosferas de N₂ (a) e ar (b). Os dados referentes às temperaturas iniciais, temperaturas finais e temperatura de pico, como também as perdas de massa encontram-se na Tabela 5.16.

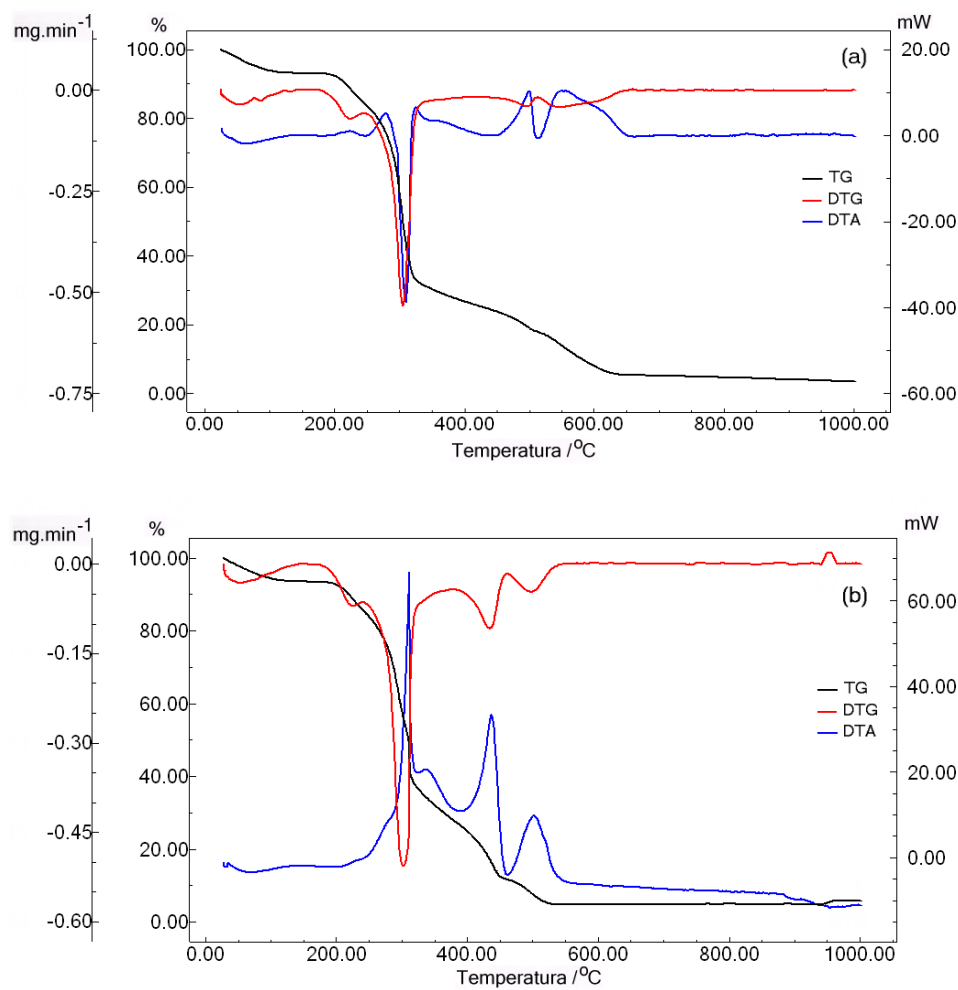


Figura 5.31 - Curvas TG, DTG e DTA do adoçante H em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.16 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante H em atmosfera de N₂ e ar.

Evento		DTA		TG	
	Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%
Nitrogênio	1 desidratação	30 - 118	57	endotérmica	6,5
	2 decomposição	190 - 278	240	endotérmica	16,8
	3 decomposição	278 - 326	308	endotérmica	43,5
	4 decomposição	326 - 510	500	exotérmica	14,8
	5 decomposição	510 - 662	550	exotérmica	12,7

ar sintético	1 desidratação	30 - 132	65	endotérmica	6,3
	2 decomposição	190 - 248	232	endotérmica	9,3
	3 decomposição	248 - 380	305/335	exotérmica	56,4
	4 decomposição	380 - 458	437	exotérmica	16,1
	5 decomposição	458 - 543	502	exotérmica	7,0

As análises realizadas nestas atmosferas para o adoçante H apresentaram dois eventos endotérmicos com temperaturas próximas de 60 e 235 °C, respectivamente; sendo o primeiro com temperaturas próximas as de desidratação da sacarina (Figura 5.15) e o segundo com temperaturas próximas as de decomposição do ciclamato (Figura 5.13). Na sequência observou-se um evento endotérmico sob nitrogênio em 308 °C e um evento com dois picos consecutivos exotérmicos sob ar sintético em 305 e 335 °C, os quais indicam ser referentes à segunda etapa de decomposição do ciclamato. A decomposição térmica iniciou em 190 °C nas duas atmosferas. A etapa de formação do resíduo carbonáceo terminou em 662 °C sob atmosfera de nitrogênio e 540 °C sob atmosfera de ar.

Houve diferença no tipo de reação na segunda etapa de decomposição, que sob nitrogênio foi endotérmica e sob ar foi exotérmica.

A maior variação de massa foi observada na segunda etapa de decomposição em ambas as atmosferas, com percentuais de 46,5 % sob nitrogênio e 56,4 % sob ar sintético.

5.1.3.16 Análise DSC do adoçante H

A Figura 5.32 mostra a curva DSC do adoçante H em atmosfera de N₂ e razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹, onde foi observado um pico endotérmico em 61 °C, com calor de +206 J/g, que indica ser referente à desidratação da sacarina de acordo com a Figura 5.16. Em seguida ocorreram dois picos endotérmicos em 212 e 302 °C, com calores de +9 e +93 J/g, indicando ser de etapas de decomposição do ciclamato conforme a Figura 5.14. Estes eventos também foram visualizados na curva DTA deste adoçante.

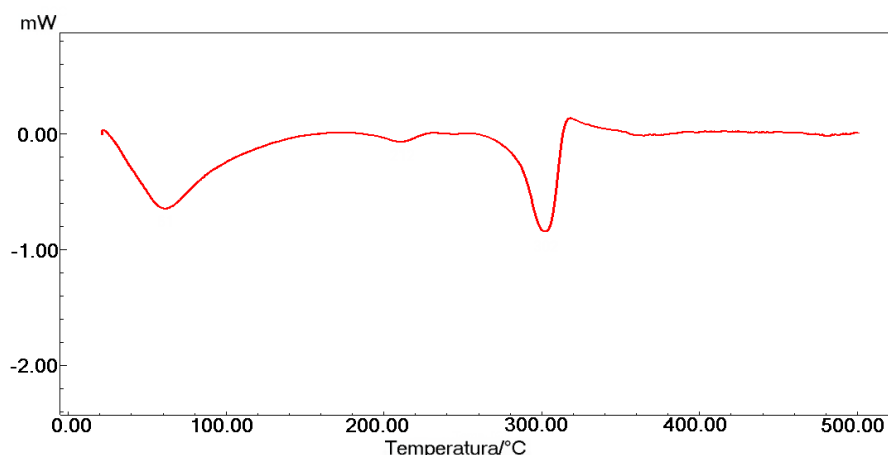


Figura 5.32 - Curva DSC do adoçante H em atmosfera de N₂, vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

5.1.3.17 Análise TG, DTG e DTA do adoçante I

A Figura 5.33 mostra as curvas TG, DTG e DTA do adoçante I em atmosferas de N₂ (a) e ar (b). Os dados referentes às temperaturas iniciais, temperaturas finais e temperatura de pico, como também as perdas de massa encontram-se na Tabela 5.17.

Observando-se os experimentos para o adoçante I verificou-se que ambas as atmosferas apresentaram: um pico endotérmico na curva DTA em 148 °C, que indica ser referente à desidratação da lactose de acordo com a Figura 5.7; um pico endotérmico em 181 °C, indicando ser referente à decomposição térmica do aspartame, que de acordo com a Figura 5.11 foi em 185 °C; dois picos endotérmicos consecutivos em temperaturas próximas das observadas na curva da lactose, indicando ser referente à sua fusão seguida por sua decomposição, comprovando sua presença neste adoçante; e mais duas etapas de decomposição, as quais podem ter ocorrido devido à etapas de decomposição da lactose e/ou dicetopiperazina conforme as Figuras 5.7 e 5.11. As temperaturas iniciais de decomposição foram próximas de 168 °C nas duas atmosferas. A etapa de formação do resíduo carbonáceo se prolongou até o fim da análise sob nitrogênio, enquanto sob atmosfera de ar terminou próximo de 580 °C.

A diferença no tipo de reação ocorrida foi percebida no quarto evento, onde sob nitrogênio foi endotérmica e sob ar sintético foi exotérmica.

A maior variação de massa ocorreu na segunda etapa de decomposição em ambas as atmosferas, com percentuais de 34,6 % sob nitrogênio e 46,4 % sob ar.

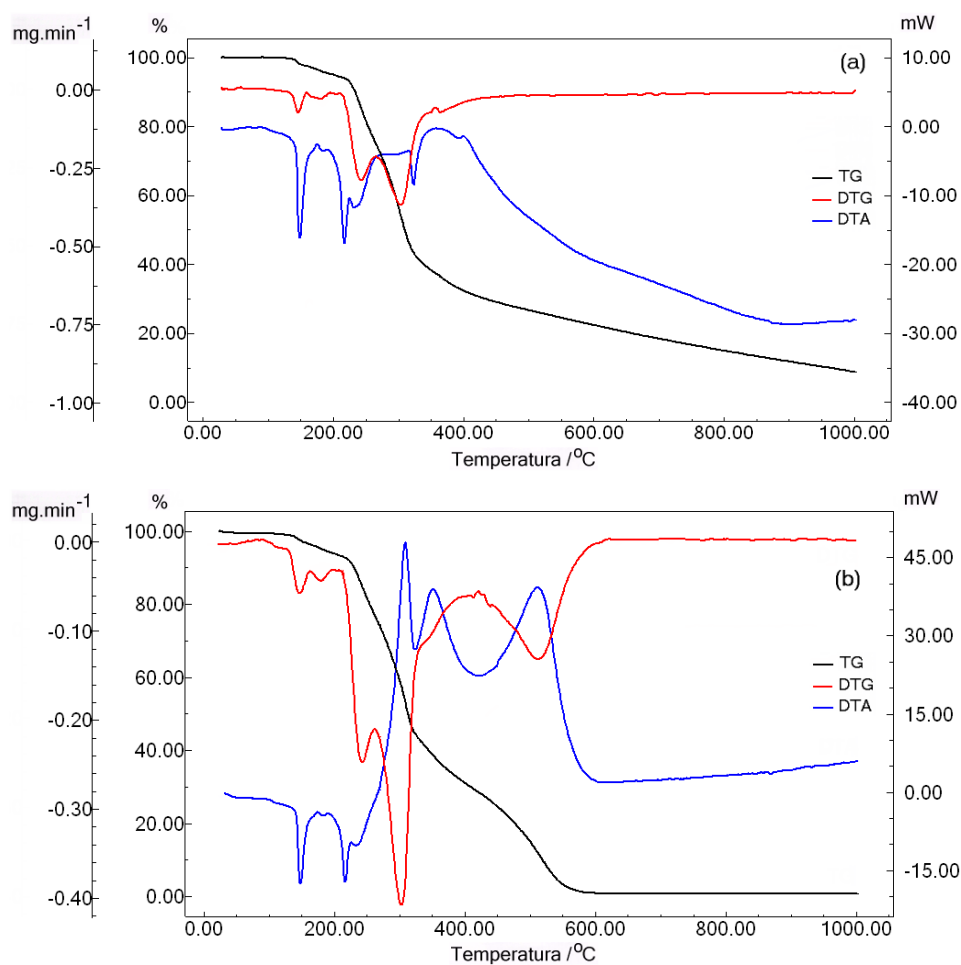


Figura 5.33 - Curvas TG, DTG e DTA do adoçante I em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.17 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante I em atmosfera de N₂ e ar.

Evento		DTA		TG	
	Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%
Nitrogênio	1 desidratação	112 - 170	148	endotérmica	3,2
	2 decomposição	170 - 196	180	endotérmica	1,7
	3 fusão/dec	196 - 271	217/232	endotérmica	22,5
	4 decomposição	271 - 352	301/324	endotérmica	34,6
	5 decomposição	452 - 1000	-	-	29,3

ar sintético	1 desidratação	119 - 165	148	endotérmica	3,7
	2 decomposição	165 - 197	181	endotérmica	2,3
	3 fusão/dec	197 - 262	217/243	endotérmica	17,5
	4 decomposição	262 - 409	309/352	exotérmica	46,4
	5 decomposição	409 - 577	512	exotérmica	29,4

5.1.3.18 Análise DSC do adoçante I

A Figura 5.34 mostra a curva DSC do adoçante I em atmosfera de N₂ e razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹, onde verificou-se um pico endotérmico em 148 °C, com calor de +135 j/g, indicando ser referente à desidratação da lactose de acordo com a Figura 5.8. Em seguida ocorreu um pico endotérmico em 182 °C, com calor de +2 j/g, que indica ser referente à decomposição do aspartame de acordo com a Figura 5.12. Ocorreram também três picos endotérmicos em 215 e 236 °C e 304 °C, com calores de +89, +41 e +30 j/g. Os eventos indicam ser da fusão e subseqüentes decomposições da lactose. Estes eventos também foram visualizados na curva DTA deste adoçante.

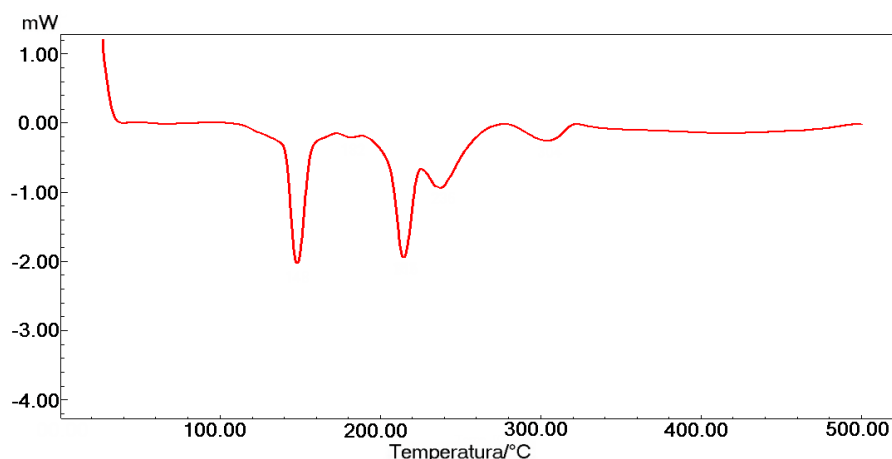


Figura 5.34 - Curva DSC do adoçante I em atmosfera de N₂, vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

5.1.3.19 Análise TG, DTG e DTA do adoçante J

A Figura 5.35 mostra as curvas TG, DTG e DTA do adoçante J em atmosferas de N₂ (a) e ar (b). Os dados referentes às temperaturas iniciais, temperaturas finais e temperatura de pico, como também as perdas de massa encontram-se na Tabela 5.18.

Analisando-se as curvas do adoçante J nas duas atmosferas observou-se: um evento endotérmico em 150 °C que conforme a Figura 5.7, indica ser referente à desidratação da lactose; um evento endotérmico em 183 °C, que de acordo com a Figura 5.11 indica ser referente à decomposição térmica do aspartame; dois eventos consecutivos endotérmicos em temperaturas próximas daquelas observadas na curva da lactose, indicando ser referente à sua fusão e decomposição; e dois eventos que conforme as Figuras 5.7 e 5.11 indicam ser referentes às etapas de decomposição da lactose e/ou dicetopiperazina. As temperaturas iniciais de decomposição foram próximas de 165 °C nas duas atmosferas. A etapa de formação do resíduo carbonáceo se prolongou até o fim da análise sob nitrogênio, enquanto sob atmosfera de ar terminou próximo de 580 °C.

Em ambas as atmosferas houve uma maior variação de massa na segunda etapa de decomposição, com percentuais de 44,5 % sob nitrogênio e 50,7 % sob ar.

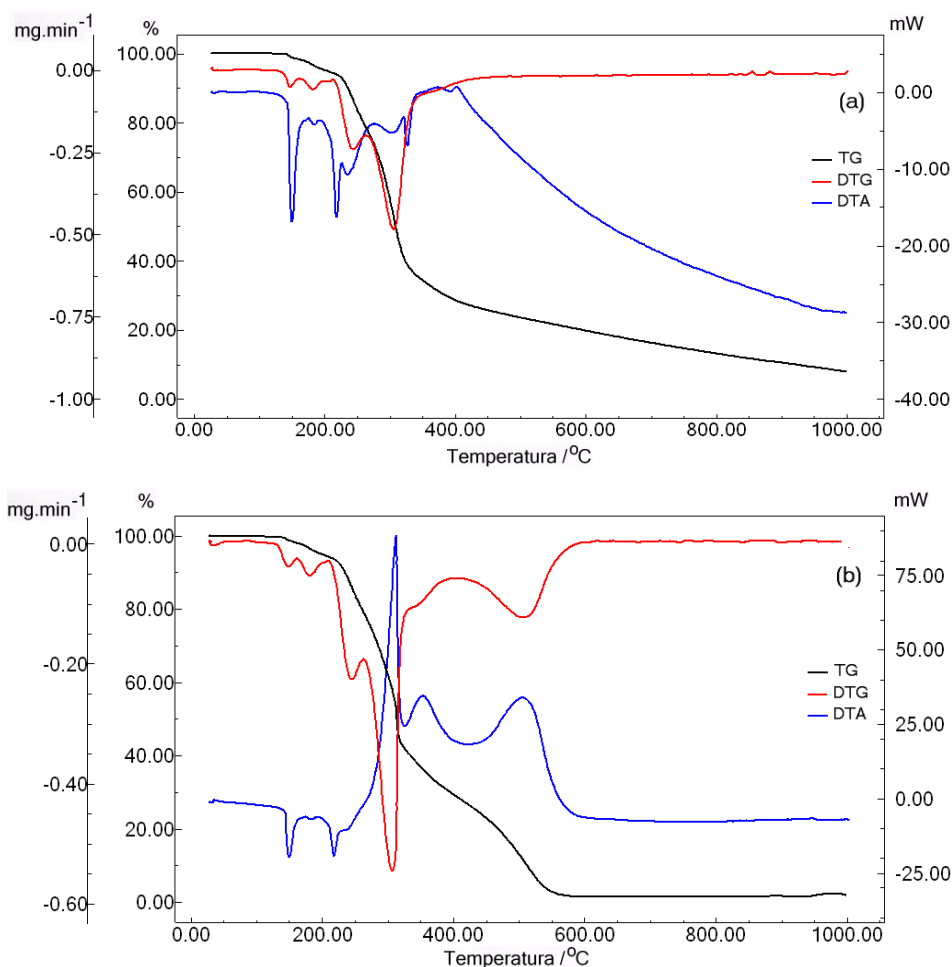


Figura 5.35 - Curvas TG, DTG e DTA do adoçante J em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.18 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante J em atmosfera de N₂ e ar.

Evento		DTA		TG	
	Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%
Nitrogênio	1 desidratação	137 - 166	150	endotérmica	2,1
	2 decomposição	166 - 198	183	endotérmica	2,7
	3 fusão/dec	198 - 270	217/235	endotérmica	19,0
	4 decomposição	270 - 369	302/327	endotérmica	44,5
	5 decomposição	369 - 1000	-	-	24,0
ar sintético	1 desidratação	143 - 160	150	endotérmica	1,6
	2 decomposição	160 - 199	183	endotérmica	3,2
	3 fusão/dec	199 - 262	218/244	endotérmica	15,4
	4 decomposição	262 - 405	313/353	exotérmica	50,7
	5 decomposição	405 - 573	505	exotérmica	27,3

5.1.3.20 Análise DSC do adoçante J

A Figura 5.36 mostra a curva DSC do adoçante J em atmosfera de N₂ e razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹, onde foi observado um pico endotérmico em 148 °C, com calor de +180 j/g, que indica ser referente à desidratação da lactose conforme a Figura 5.8. Em seguida ocorreu um pico endotérmico em 183 °C, com calor de +2 j/g, e conforme a Figura 5.12 indica ser referente à decomposição do aspartame. Observou-se também três picos endotérmicos em 216, 231 e 297°C, com calores de +80, +31 e +42 j/g, os quais indicam ser referentes à fusão e subseqüentes decomposições da lactose. Estes eventos também foram percebidos na curva DTA deste adoçante.

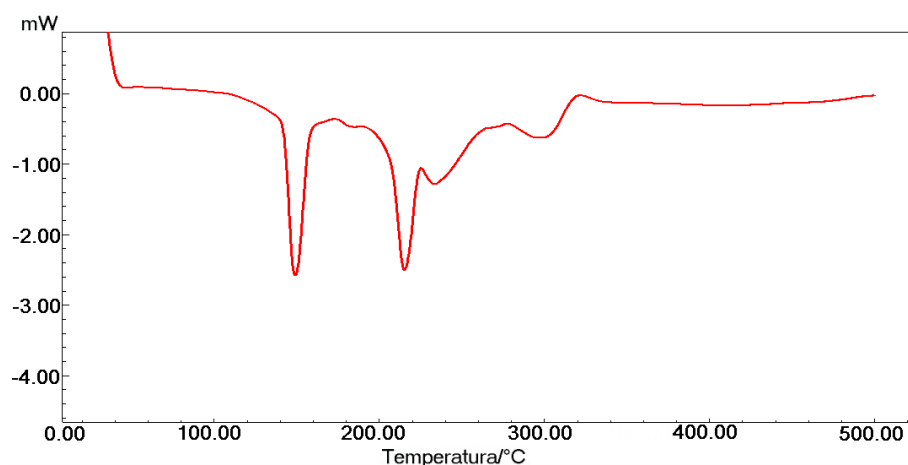


Figura 5.36 - Curva DSC do adoçante J em atmosfera de N₂, vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

5.1.3.21 Análise TG, DTG e DTA do adoçante L

A Figura 5.37 mostra as curvas TG, DTG e DTA do adoçante L em atmosferas de N₂ (a) e ar (b). Os dados referentes às temperaturas iniciais, temperaturas finais e temperatura de pico, como também as perdas de massa encontram-se na Tabela 5.19.

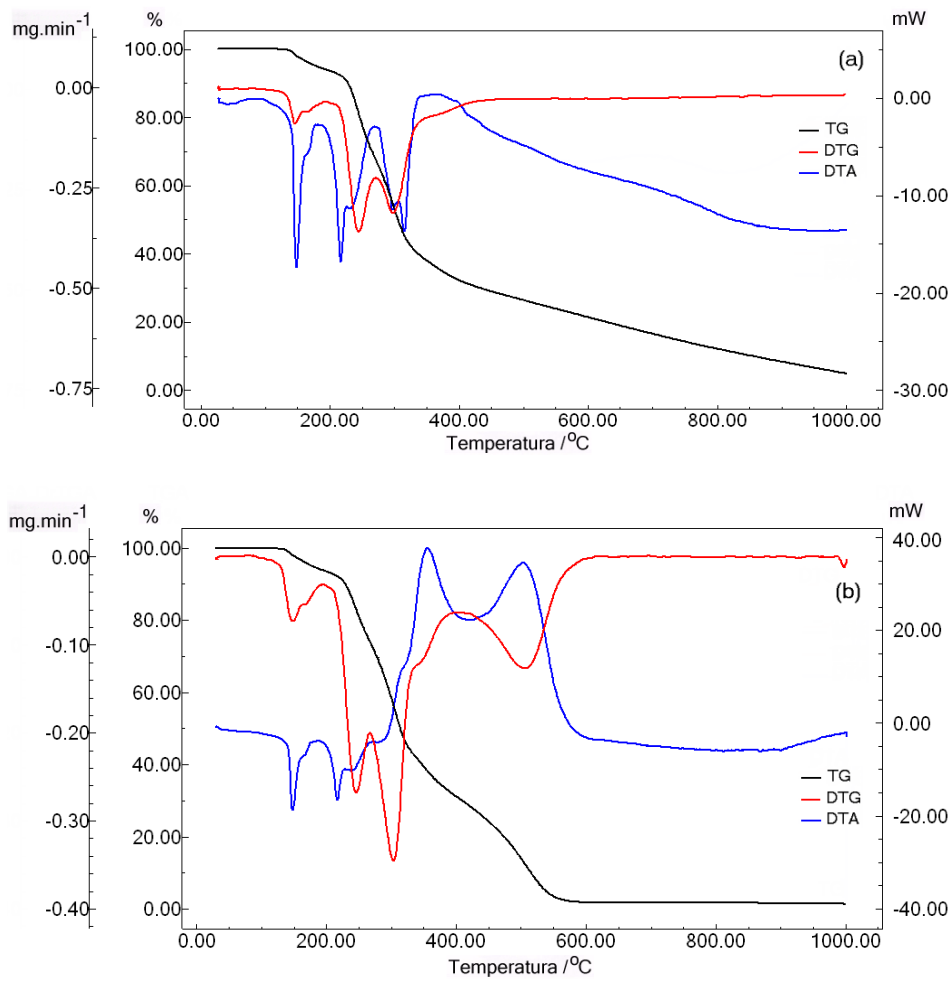


Figura 5.37 - Curvas TG, DTG e DTA do adoçante L em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.19 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante L em atmosfera de N₂ e ar.

Atmosfera	Evento		DTA		TG
	Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%
Nitrogênio	1 desidratação	133 - 184	148	endotérmica	5,4
	2 fusão/dec	184 - 270	217/233	endotérmica	26,4
	3 decomposição	270 - 340	297/316	endotérmica	28,7
	4 decomposição	340 - 1000	-	-	34,5
ar sintético	1 desidratação	132 - 175	148	endotérmica	4,7
	2 fusão/dec	175 - 265	217/239	endotérmica	20,3
	3 decomposição	265 - 402	303/356	exotérmica	44,1
	5 decomposição	402 - 574	504	exotérmica	29,0

Comparando-se as curvas realizadas em atmosferas de nitrogênio e ar sintético para o adoçante L verificou-se: um evento endotérmico em 148 °C referente à desidratação da lactose; dois eventos consecutivos endotérmicos em temperaturas próximas àsquelas observadas na curva da lactose, indicando ser referente à sua fusão e decomposição conforme a Figura 5.7; e dois eventos que indicam ser referentes a etapas de decomposição da lactose e/ou dicetopiperazina conforme as Figuras 5.7 e 5.11. As temperaturas iniciais de decomposição foram próximas de 220 °C em ambas as atmosferas. A etapa de formação do resíduo carbonáceo se prolongou até o fim da análise sob nitrogênio, enquanto sob atmosfera de ar terminou próximo de 580 °C.

Houve uma maior variação de massa na terceira etapa de decomposição sob nitrogênio (34,5 %) e na segunda etapa sob ar sintético (44,1 %).

5.1.3.22 Análise DSC do adoçante L

A Figura 5.38 mostra a curva DSC do adoçante L em atmosfera de N₂ e razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹, onde foi observado um pico endotérmico em 148 °C e dois picos consecutivos endotérmicos em 214 e 235 °C, com calores de +163, +80 e +43 J/g, que indicam corresponder à desidratação, fusão e subsequente decomposição da lactose de acordo com a Figura 5.88. Estes eventos também foram observados na curva DTA deste adoçante.

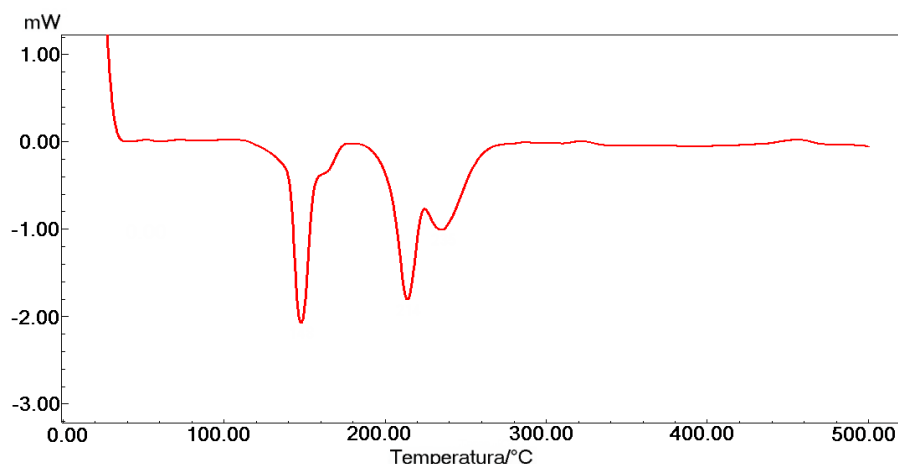


Figura 5.38 - Curva DSC do adoçante L em atmosfera de N₂, vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

5.1.3.23 Análise TG, DTG e DTA do adoçante M

A Figura 5.39 mostra as curvas TG, DTG e DTA do adoçante M em atmosferas de N₂ (a) e ar (b). Os dados referentes às temperaturas iniciais, temperaturas finais e temperatura de pico, como também as perdas de massa encontram-se na Tabela 5.20.

Comparando-se as curvas realizadas em atmosferas de nitrogênio e ar sintético para o adoçante M verificou-se que ambas possuem um pico endotérmico na curva DTA em 189 °C que não possui perda de massa, indicando ser referente à fusão da sacarose, que ocorreu em 191 °C, visto que este é o principal componente deste adoçante. Em seguida ocorreram duas etapas de decomposição térmica, que conforme as Figuras 5.9 e 5.11 acredita-se que a primeira é referente à decomposição térmica da sacarose e a segunda é referente à uma das etapas de decomposição térmica da dicetopiperazina e/ou sacarose. As temperaturas iniciais de decomposição foram próximas de 210 °C nas duas atmosferas. A etapa de formação do resíduo carbonáceo se estendeu até o fim do experimento em atmosfera de nitrogênio, enquanto em atmosfera de ar terminou próximo de 560 °C.

Houve diferença no tipo de reação na segunda etapa de decomposição, que sob nitrogênio apresentou picos consecutivos endotérmicos e sob ar sintético picos consecutivos exotérmicos.

Nas duas atmosferas houve uma maior variação de massa na segunda etapa de decomposição, com percentuais próximos de 40,0 %.

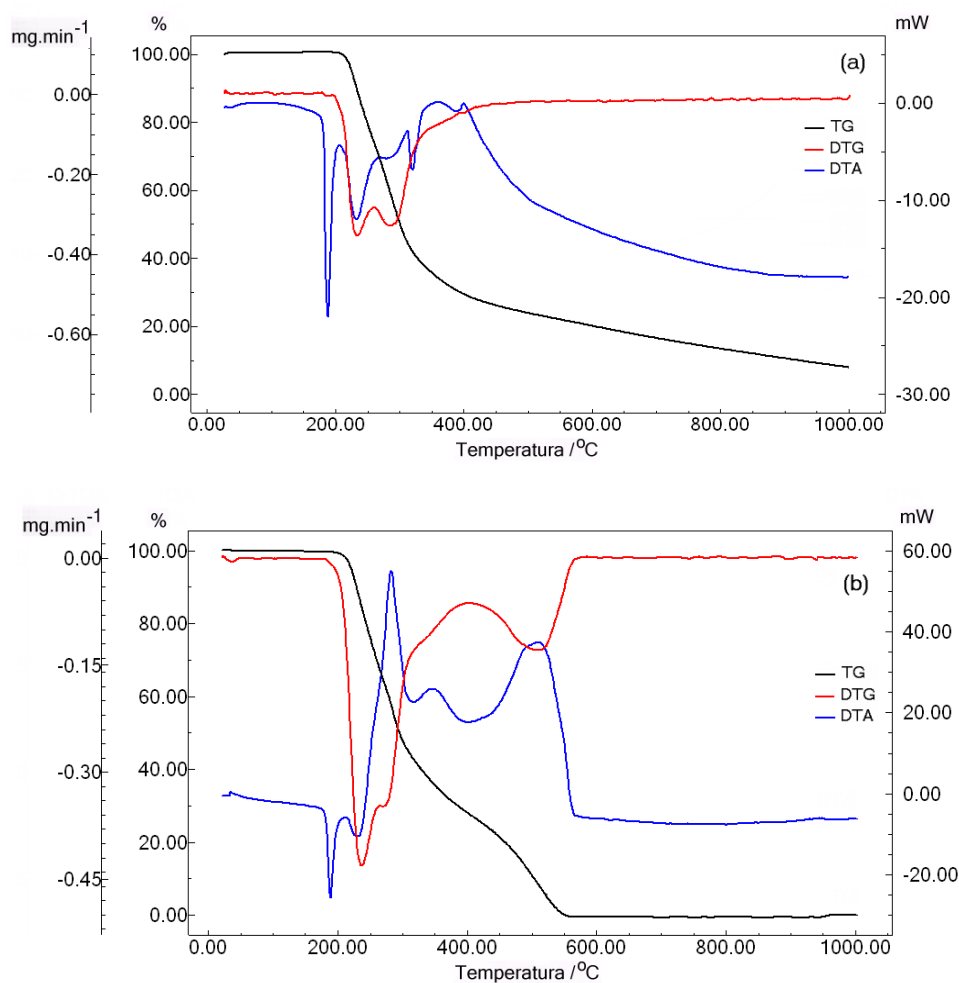


Figura 5.39 - Curvas TG, DTG e DTA do adoçante M em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

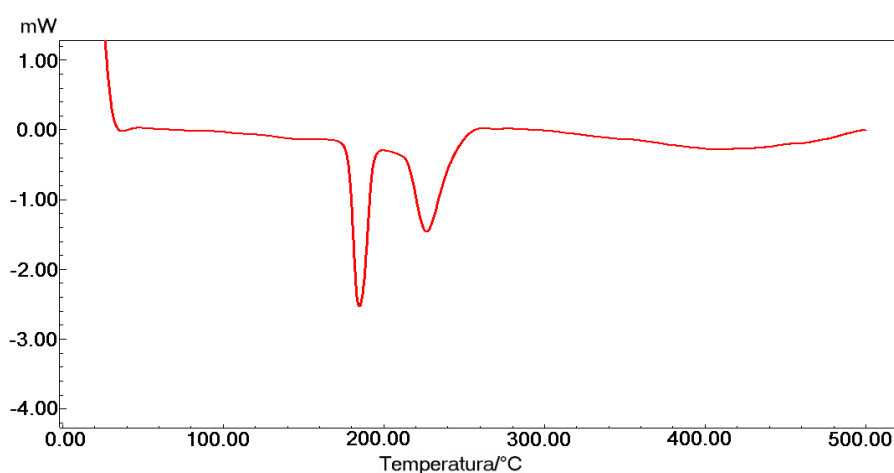
Tabela 5.20 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante M em atmosfera de N₂ e ar.

Evento		DTA		TG	
	Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%
Nitrogênio	1 fusão	179 - 200	189	endotérmica	-
	2 decomposição	212 - 261	233	endotérmica	27,2
	3 decomposição	261 - 354	279/321	endotérmica	38,2
	4 decomposição	354 - 1000	-	-	27,2

ar sintético	1 fusão	180 - 201	189	endotérmica	-
	2 decomposição	207 - 257	233	endotérmica	28,4
	3 decomposição	257 - 401	283/346	exotérmica	43,1
	4 decomposição	401 - 561	509	exotérmica	28,5

5.1.3.24 Análise DSC do adoçante M

A Figura 5.40 mostra a curva DSC do adoçante M em atmosfera de N₂ e razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹, onde observou-se dois picos endotérmicos em 185 e 228 °C, com calores de +122 e +121 j/g, que indicam ser referentes à fusão e decomposição da sacarose conforme a Figura 5.10. Estes eventos também foram observados na curva DTA deste adoçante.

**Figura 5.40** - Curva DSC do adoçante M em atmosfera de N₂, vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

5.1.3.25 Análise TG, DTG e DTA do adoçante N

A Figura 5.41 mostra as curvas TG, DTG e DTA do adoçante N em atmosferas de N₂ (a) e ar (b). Os dados referentes às temperaturas iniciais, temperaturas finais e temperatura de pico, como também as perdas de massa encontram-se na Tabela 5.21.

Analisando-se as curvas realizadas em atmosferas de nitrogênio e ar sintético para o adoçante N observou-se: um evento endotérmico em 148 °C indicando ser referente à desidratação da lactose conforme a Figura 5.7; um evento endotérmico em 183 °C, indicando ser referente à decomposição térmica do aspartame de acordo com a Figura 5.11; dois eventos endotérmicos consecutivos em temperaturas próximas daquelas observadas na curva da lactose, indicando tratar-se da sua fusão e decomposição; e dois eventos que indicam ser referentes à etapas de decomposição da lactose e/ou dicetopiperazina (Figuras 5.11). As temperaturas iniciais de decomposição foram 174 °C sob nitrogênio e 160 °C sob ar sintético. A etapa de formação do resíduo final se prolongou até o fim do experimento na atmosfera de nitrogênio, já na atmosfera de ar terminou em 580 °C.

Nas duas atmosferas houve maior variação de massa na segunda etapa de decomposição, com percentuais de 56,0 % sob nitrogênio e 49,8 % sob ar.

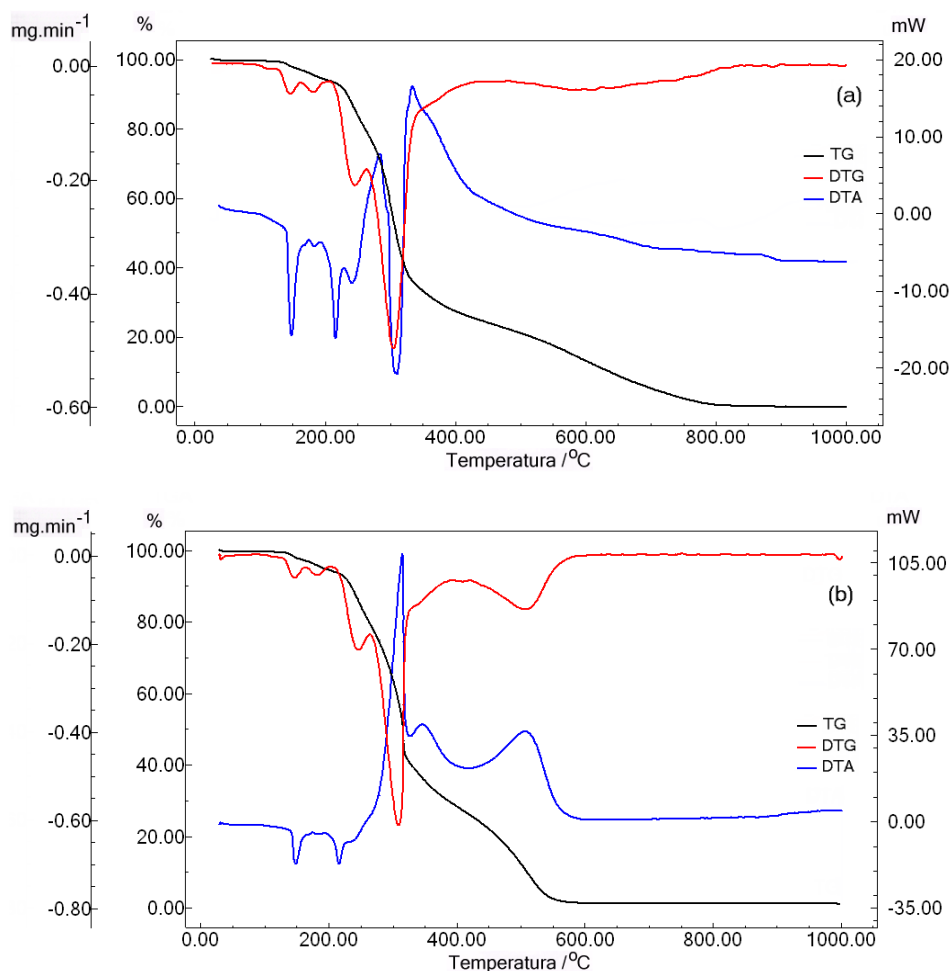


Figura 5.41 - Curvas TG, DTG e DTA do adoçante N em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.21 - Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante N em atmosfera de N₂ e ar.

Evento		DTA		TG	
	Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%
Nitrogênio	1 desidratação	137 - 174	148	endotérmica	3,8
	2 decomposição	174 - 196	183	endotérmica	1,8
	3 fusão/dec	196 - 262	215/240	endotérmica	14,7
	4 decomposição	262 - 458	283/307/334	exo/endo/exo	56,0
	5 decomposição	458 - 1000	-	-	23,4
ar sintético	1 desidratação	131 - 160	148	endotérmica	2,8
	2 decomposição	160 - 199	183	endotérmica	2,7
	3 fusão/dec	199 - 265	215/246	endotérmica	15,3
	4 decomposição	265 - 392	315/346	exotérmica	49,8
	5 decomposição	392 - 580	507	exotérmica	28,1

5.1.3.26 Análise DSC do adoçante N

A Figura 5.42 mostra a curva DSC do adoçante N em atmosfera de N_2 e razão de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$, onde ocorreu um pico endotérmico em $148\text{ }^{\circ}\text{C}$, com calor de $+136\text{ J/g}$, que indica ser referente à desidratação da lactose (Figura 5.8). Em seguida ocorreu um pico endotérmico em $184\text{ }^{\circ}\text{C}$, com calor de $+2\text{ J/g}$, que de acordo com a Figura 5.12, indica ser referente à decomposição do aspartame. Ocorreram também três picos endotérmicos em 214 , 240 e $298\text{ }^{\circ}\text{C}$, com calores de $+103$, $+59$ e $+33\text{ J/g}$, que indicam ser da fusão e subseqüentes decomposições da lactose. Estes eventos também foram observados na curva DTA deste adoçante.

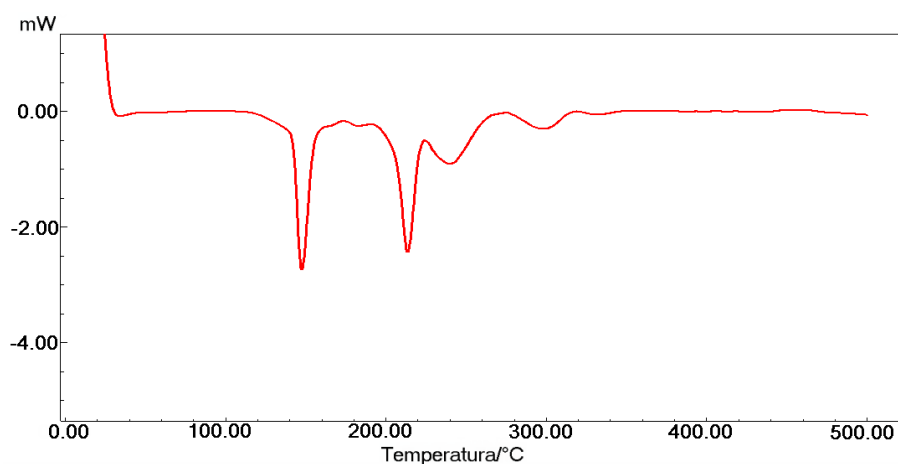


Figura 5.42 - Curva DSC do adoçante N em atmosfera de N_2 , vazão de gás de $50\text{ mL}.\text{min}^{-1}$, massa da amostra de 1 mg , suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$.

5.1.3.27 Análise TG, DTG e DTA do adoçante O

A Figura 5.43 mostra as curvas TG, DTG e DTA do adoçante O em atmosferas de N_2 (a) e ar (b). Os dados referentes às temperaturas iniciais, temperaturas finais e temperatura de pico, como também as perdas de massa encontram-se na Tabela 5.22.

Comparando-se as análises realizadas em atmosferas de nitrogênio e ar sintético para o adoçante O observou-se: um evento endotérmico em $149\text{ }^{\circ}\text{C}$ que de acordo com a Figura 5.7 indica referir-se à desidratação da lactose; um evento

endotérmico em 180 °C, que indica ser referente à decomposição térmica do aspartame conforme apresentado na Figura 5.11; dois eventos endotérmicos consecutivos em 213 e 240 °C, temperaturas estas próximas das observadas na curva da lactose correspondentes à sua fusão e decomposição; e dois eventos que de acordo com as Figuras 5.7 e 5.11 indicam ser referentes às etapas de decomposição da lactose e/ou dicetopiperazina. As temperaturas iniciais de decomposição foram próximas de 164 °C em ambas as atmosferas. A etapa de formação do resíduo se estendeu até o fim da análise em atmosfera de nitrogênio, enquanto sob ar terminou próximo de 530 °C.

Nas duas atmosferas houve maior perda de massa na segunda etapa de decomposição, com percentuais próximos de 40,0 %.

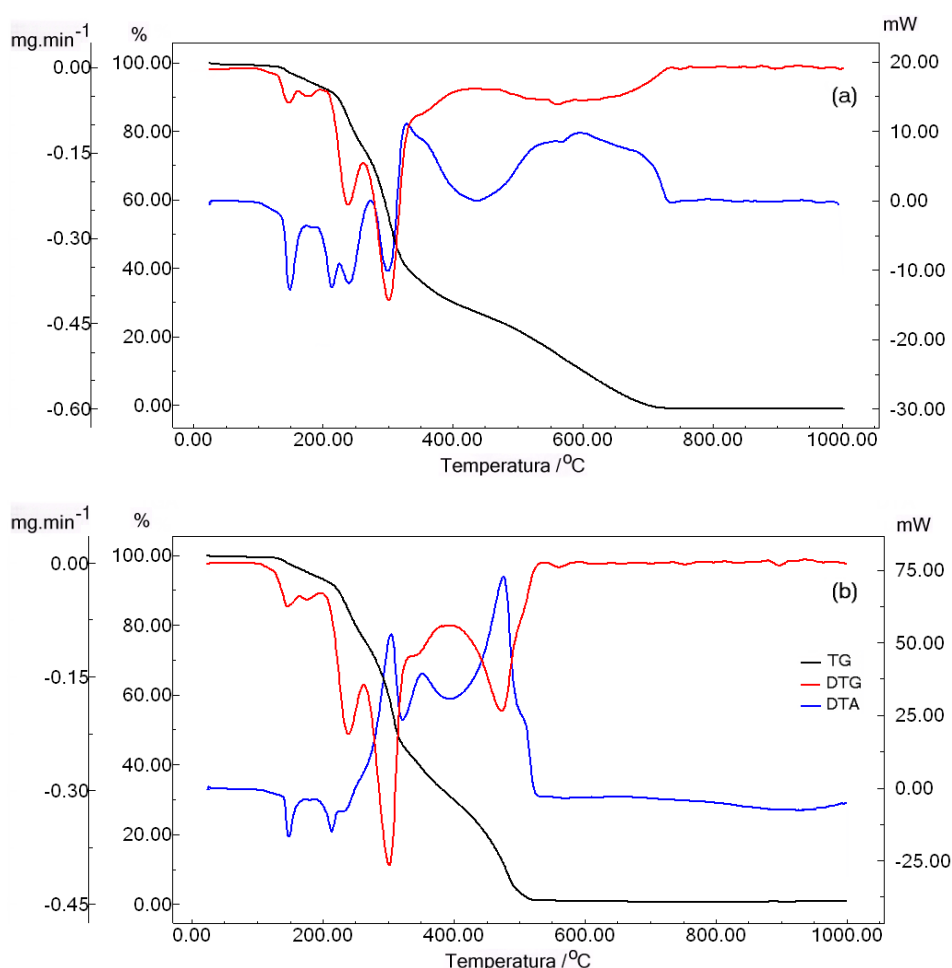


Figura 5.43 Curvas TG, DTG e DTA do adoçante O em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.22 Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante O em atmosfera de N₂ e ar.

Evento		DTA		TG	
	Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%
Nitrogênio	1 desidratação	122 - 164	149	endotérmica	3,2
	2 decomposição	164 - 194	180	endotérmica	2,6
	3 fusão/dec	194 - 272	213/240	endotérmica	21,4
	4 decomposição	272 - 438	300/329	endo/exo	44,3
	5 decomposição	438 - 728	596	exotérmica	28,0

ar sintético	1 desidratação	121 - 164	149	endotérmica	3,2
	2 decomposição	164 - 194	180	endotérmica	2,6
	3 fusão/dec	194 - 262	213/240	exotérmica	17,4
	4 decomposição	262 - 390	303/352	exotérmica	44,6
	5 decomposição	390 - 531	476	exotérmica	30,6

5.1.3.28 Análise DSC do adoçante O

A Figura 5.44 mostra a curva DSC do adoçante O em atmosfera de N₂ e razão de aquecimento de 10 °C.min⁻¹, onde verificou-se: um pico endotérmico em 147 °C, com calor de +136 j/g, que indica ser referente à desidratação da lactose de acordo com a Figura 5.8; um pico endotérmico em 179 °C, com calor de +1 j/g, que indica ser referente à decomposição do aspartame conforme observado na Figura 5.12; ocorreram também dois picos endotérmicos nas temperaturas de 212 e 230 °C e um exotérmico em 306 °C, com calores de +93, +52 e -29 j/g, que indicam ser referentes à fusão e etapas de decomposição da lactose. Estes eventos também foram observados na curva DTA deste adoçante.

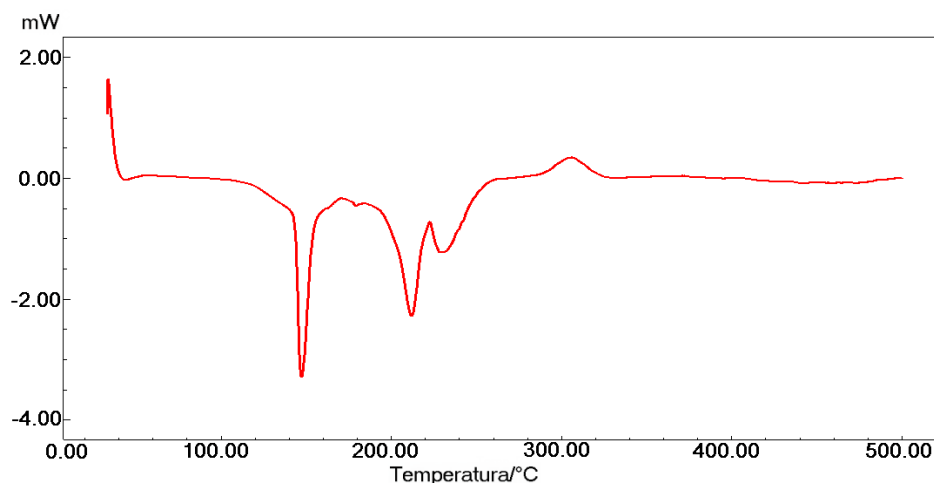


Figura 5.44 Curva DSC do adoçante O em atmosfera de N₂, vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 1 mg, suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

5.1.3.29 Análise TG, DTG e DTA do adoçante P

A Figura 5.45 mostra as curvas TG, DTG e DTA do adoçante P em atmosferas de N₂ (a) e ar (b). Os dados referentes às temperaturas iniciais, temperaturas finais e temperatura de pico, como também as perdas de massa encontram-se na Tabela 5.23.

Comparando-se estas curvas observou-se um evento endotérmico com pico da DTA próximo de 130 °C e um evento endotérmico em 190 °C que de acordo com a Figura 5.1 indicam ser referentes à fusão e decomposição térmica da frutose, já que este é o principal componente deste adoçante. Em seguida ocorreram mais duas etapas de decomposição, que não apresentaram temperaturas semelhantes às da curva do padrão de frutose. As temperaturas iniciais de decomposição foram próximas de 160 °C em ambas as atmosferas. A formação do resíduo terminou em 640 °C sob atmosfera de nitrogênio e em 569 °C sob ar sintético.

Houve maior perda de massa na segunda etapa de decomposição (47,3 % sob nitrogênio e 56,5 % sob ar).

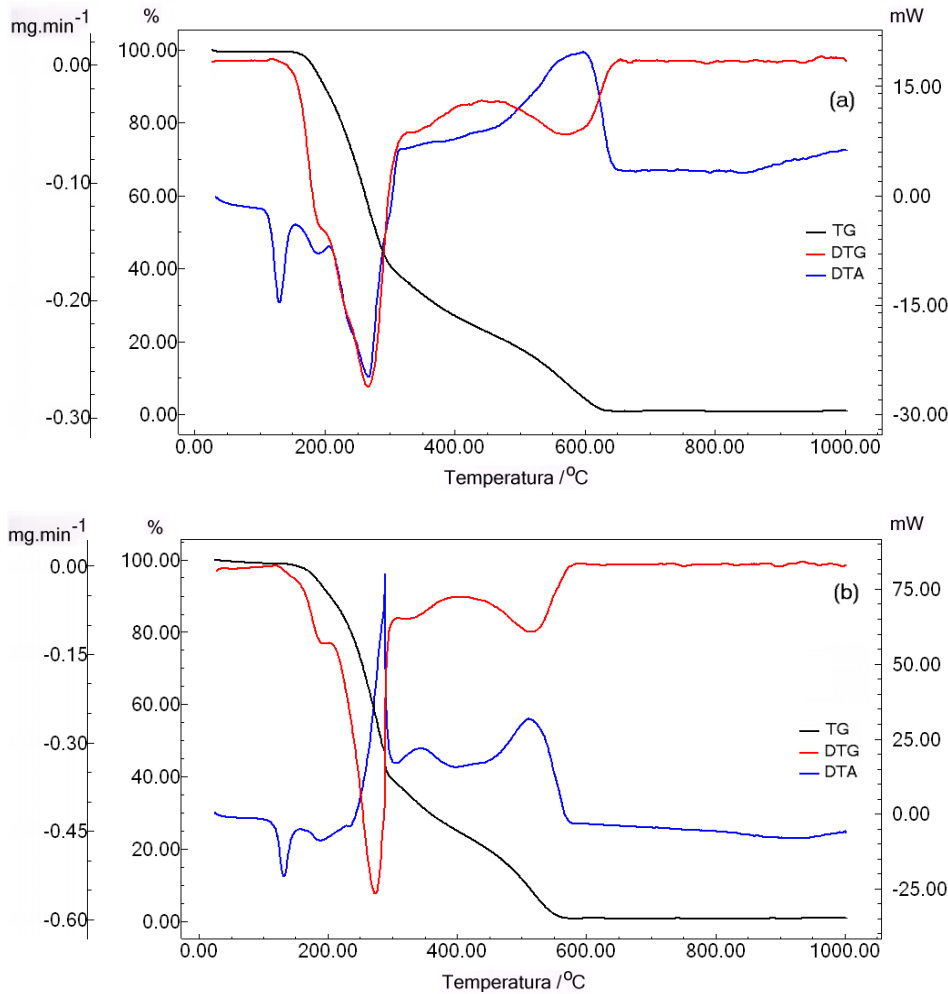


Figura 5.45 Curvas TG, DTG e DTA do adoçante P em atmosferas de N₂ (a) e ar (b), vazão de gás de 50 mL.min⁻¹, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de 10°C.min⁻¹.

Tabela 5.23 Dados obtidos nas curvas de Análise Térmica do adoçante P em atmosfera de N₂ e ar.

Atmosfera	Evento		DTA		TG
	Fenômeno	Intervalo/°C	Pico/°C	Reação	Δ massa/%
Nitrogênio	1 fusão	114 - 149	128	endotérmica	-
	2 decomposição	163 - 213	190	endotérmica	14, 1
	3 decomposição	213 - 312	268	endotérmica	47,3
	4 decomposição	312 - 640	598	exotérmica	37,8

ar sintético	1 fusão	111 - 147	130	endotérmica	-
	2 decomposição	157 - 230	190	endotérmica	17,2
	3 decomposição	230 - 391	288/344	exotérmica	56,6
	4 decomposição	391 - 569	511	exotérmica	25,0

5.1.3.30 Análise DSC do adoçante P

A Figura 5.46 mostra a curva DSC do adoçante P em atmosfera de N_2 e razão de aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$, onde observou-se um pico endotérmico em $127\text{ }^{\circ}\text{C}$, com calor de $+172\text{ J/g}$, que indicam ser referente à fusão da frutose de acordo com a Figura 5.2. Em seguida ocorreram dois picos endotérmicos em 174 e $260\text{ }^{\circ}\text{C}$, com calores de $+103$ e $+73\text{ J/g}$, que indicam ser referentes às etapas de decomposições da frutose. Estes eventos também foram observados na curva DTA deste adoçante.

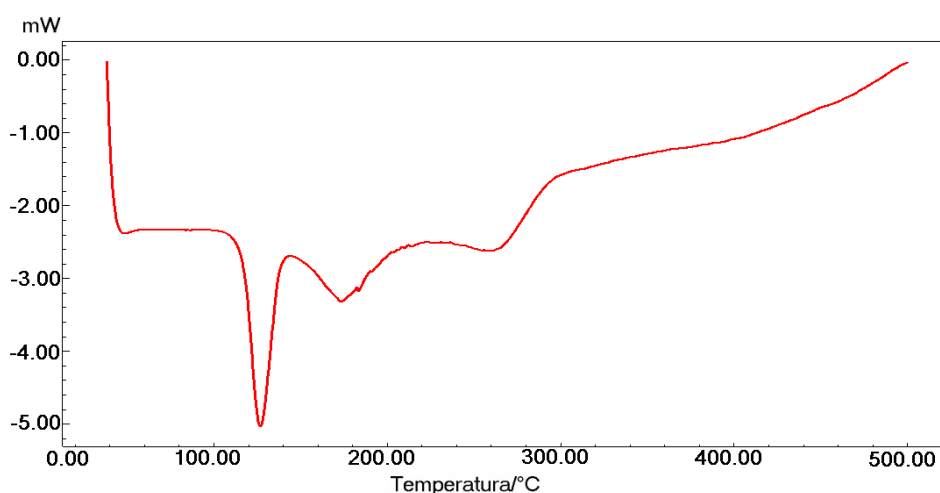


Figura 5.46 Curva DSC do adoçante P em atmosfera de N_2 , vazão de gás de $50\text{ mL}.\text{min}^{-1}$, massa da amostra de 1 mg , suporte da amostra de alumínio e razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}.\text{min}^{-1}$.

5.1.4 Análise TG, DTG e DTA do dióxido de silício (SiO_2)

Analisou-se o dióxido de silício por ser utilizado como anti-umectante nos adoçantes comerciais.

Ao observar as curvas TG, DTG e DTA realizadas em atmosferas de N_2 (a) e ar (b) na Figura 5.47, percebeu-se que este não influencia nos resultados dos adoçantes comerciais, pois não observou-se variação de massa nas condições estudadas.

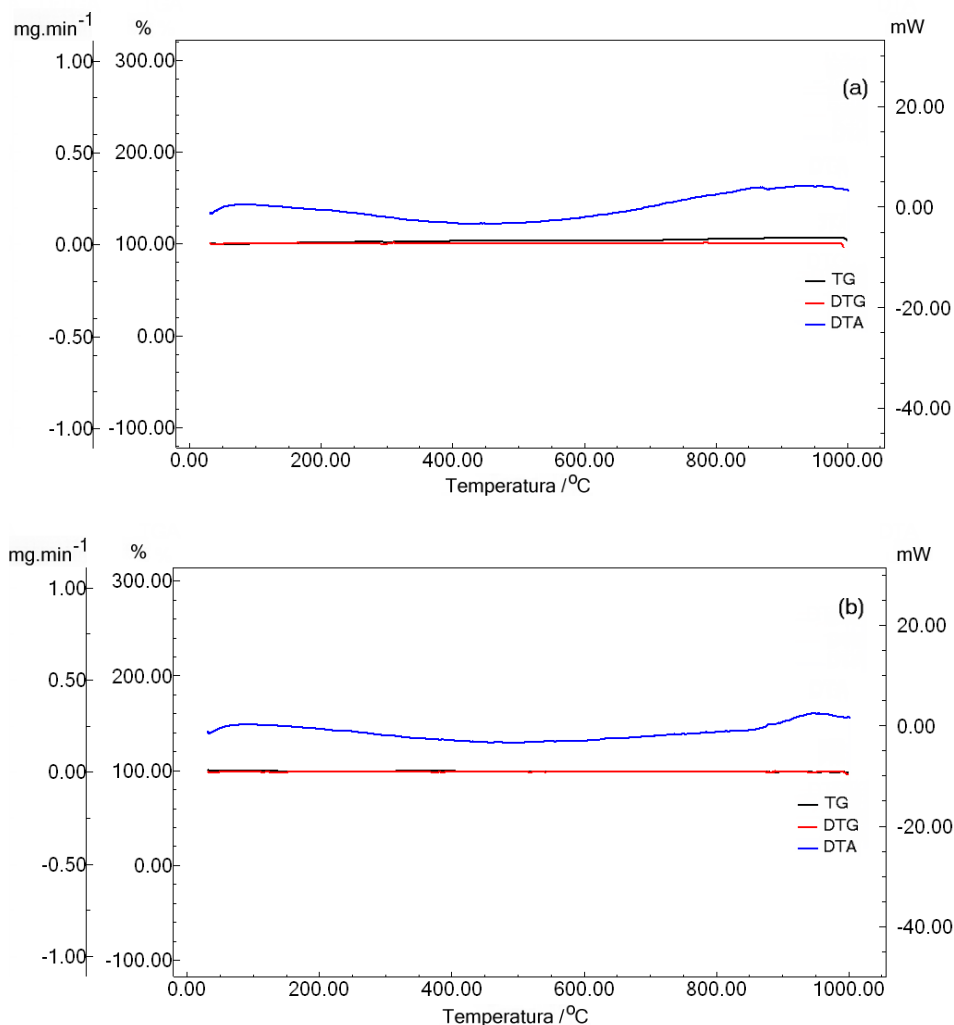


Figura 5.47 Curvas TG, DTG e DTA do padrão de dióxido de silício (SiO_2) em atmosferas de N_2 (a) e ar (b), vazão de gás de $50 \text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$, massa da amostra de 5 mg, suporte da amostra de platina e razão de aquecimento de $10^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$.

5.2 ESPECTROSCOPIA NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO (FT-IR) - MÉDIO

Os espectros FT-IR dos adoçantes naturais e artificiais foram obtidos com o objetivo de comprovar que as substâncias utilizadas neste trabalho eram realmente as substâncias de interesse.

5.2.1 Análise FT-IR dos adoçantes naturais

A Figura 5.48 mostra os espectros de absorção na região do infravermelho dos adoçantes naturais. Para o espectro da frutose analisou-se as principais bandas de absorção: 3360 cm^{-1} atribuída à deformação axial de O-H (associado), 2980 e 2900 cm^{-1} atribuída à deformação axial de C-H, 1450 cm^{-1} atribuída à deformação angular de CH_2 , 1390 cm^{-1} atribuída à deformação angular de O-H, 1253 e 1065 cm^{-1} atribuídas à deformação axial de C-O-C. A presença dessas bandas indica que a substância em estudo é a frutose. Para o espectro da galactose verificou-se as seguintes bandas de absorção: 3390 cm^{-1} atribuída à deformação axial de O-H (associado), 2940 e 2890 cm^{-1} atribuída à deformação axial de C-H, 1450 cm^{-1} atribuída à deformação angular de CH_2 , 1270 e 1080 cm^{-1} atribuídas à deformação axial de C-O-C. A presença dessas bandas indica que a substância em estudo é a galactose. Para o espectro da glicose verificou-se as seguintes bandas de absorção: 3250 cm^{-1} atribuída à deformação axial de O-H (associado), 2930 e 2880 cm^{-1} atribuída à deformação axial de C-H, 1430 cm^{-1} atribuída à deformação angular de CH_2 , 1220 e 1100 cm^{-1} atribuídas à deformação axial de C-O-C. A presença dessas bandas indica que a substância em estudo é a glicose. Para o espectro da lactose analisou-se as seguintes bandas de absorção: 3380 cm^{-1} atribuída à deformação axial de O-H (associado), 2930 e 2890 cm^{-1} atribuída à deformação axial de C-H, 1450 cm^{-1} atribuída à deformação angular de CH_2 , 1200 e 1050 cm^{-1} atribuídas à deformação axial de C-O-C. A presença dessas bandas indica que a substância em estudo é a lactose. Para o espectro da sacarose analisou-se as seguintes bandas de absorção: 3360 cm^{-1} atribuída à deformação axial de O-H (associado), 2930 e 2880 cm^{-1} atribuída à deformação axial de C-H, 1450 cm^{-1} atribuída à deformação angular de CH_2 , 1200 e 1100 cm^{-1} atribuídas à deformação axial de C-O-C. A presença dessas bandas indica que a substância em estudo é a sacarose. (SILVERSTEIN, 2007; DYER, 1965).

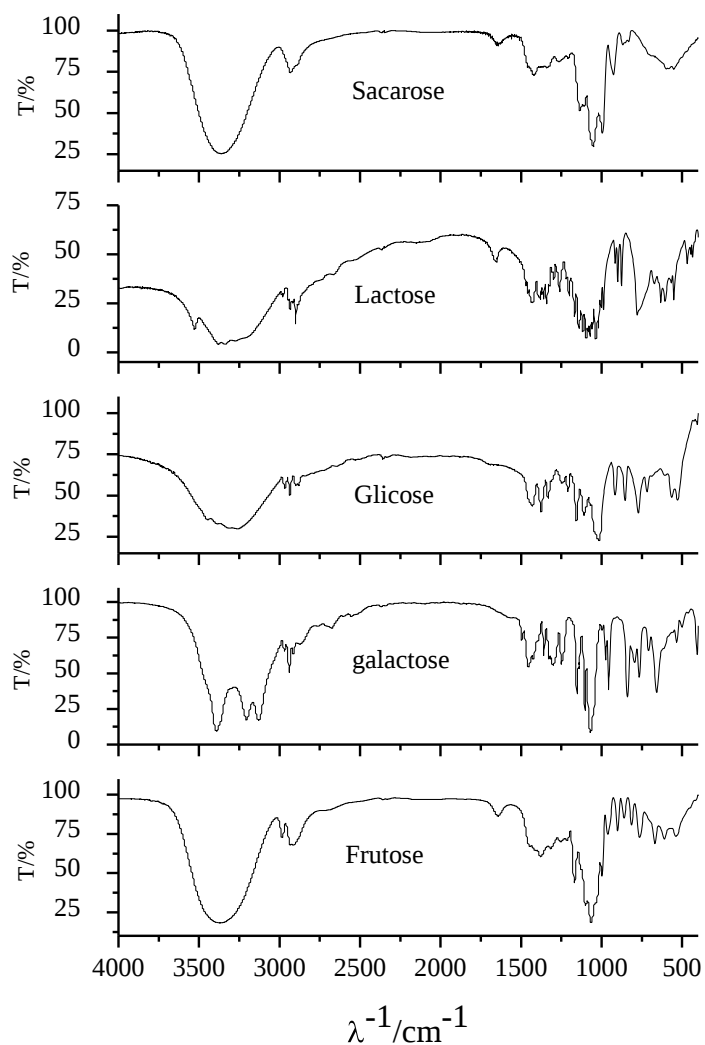


Figura 5.48 Espectros de absorção na região do infravermelho da frutose, galactose, glicose, lactose e sacarose.

5.2.2 Análise FT-IR dos adoçantes artificiais

A Figura 5.49 mostra os espectros de absorção na região do infravermelho dos adoçantes artificiais. Para o espectro do aspartame analisou-se as seguintes bandas de absorção: 3430 cm^{-1} atribuída à deformação axial de N-H de amidas secundárias, 3340 cm^{-1} atribuída à deformação axial de N-H de aminas primárias alifáticas, 3060 cm^{-1} atribuída à deformação axial de O-H (quelato), 3030 e 2950 cm^{-1} atribuídas à deformação axial C-H de aromáticos e alifáticos, respectivamente, 1735 e 1664 cm^{-1} atribuídas à deformação axial de C=O de ésteres e amida secundária, respectivamente, 1600 e 1500 cm^{-1} atribuídas à deformação axial de C=C do núcleo aromático, 1580 cm^{-1} atribuídas à deformação angular de N-H de aminas primárias, 1450 cm^{-1} atribuída à deformação axial de CH_2 e/ou CH_3 , 1380 cm^{-1} atribuídas à deformação angular de CH_3 , 1240 cm^{-1} atribuídas à deformação axial de C-N de aminas primárias alifáticas, 1220 cm^{-1} atribuídas à deformação axial de C-O de ésteres. A presença dessas bandas indica que a substância em estudo é o aspartame. Para o espectro do ciclamato de sódio analisou-se as seguintes bandas de absorção: 3274 cm^{-1} atribuída à banda de N-H de sulfonamida secundária, 2960 cm^{-1} atribuída à deformação axial de C-H de metileno dos hidrocarbonetos cíclicos, 1450 cm^{-1} atribuída à deformação angular simétrica de C-H, 1300 e 1143 cm^{-1} atribuídas à deformação axial de S=O de sulfóxidos, 1250 cm^{-1} atribuída à deformação axial C-N. A presença dessas bandas indica que a substância em estudo é o ciclamato de sódio. Para o espectro da sacarina sódica analisou-se as seguintes bandas de absorção: 3075 e 3052 cm^{-1} atribuída à deformação axial de C-H de aromático, 1650 cm^{-1} atribuída à deformação axial C=O de amidas secundárias, 1580 e 1450 cm^{-1} atribuída à deformação axial C=C do núcleo aromático, 1300 e 1120 cm^{-1} atribuídas à deformação axial de S=O de sulfóxidos, 1250 cm^{-1} atribuída à deformação axial C-N, $900\text{-}675\text{ cm}^{-1}$ atribuída à deformação angular de C-H de aromáticos. A presença dessas bandas indica que a substância em estudo é a sacarina sódica. (SILVERSTEIN, 2007; DYER, 1965).

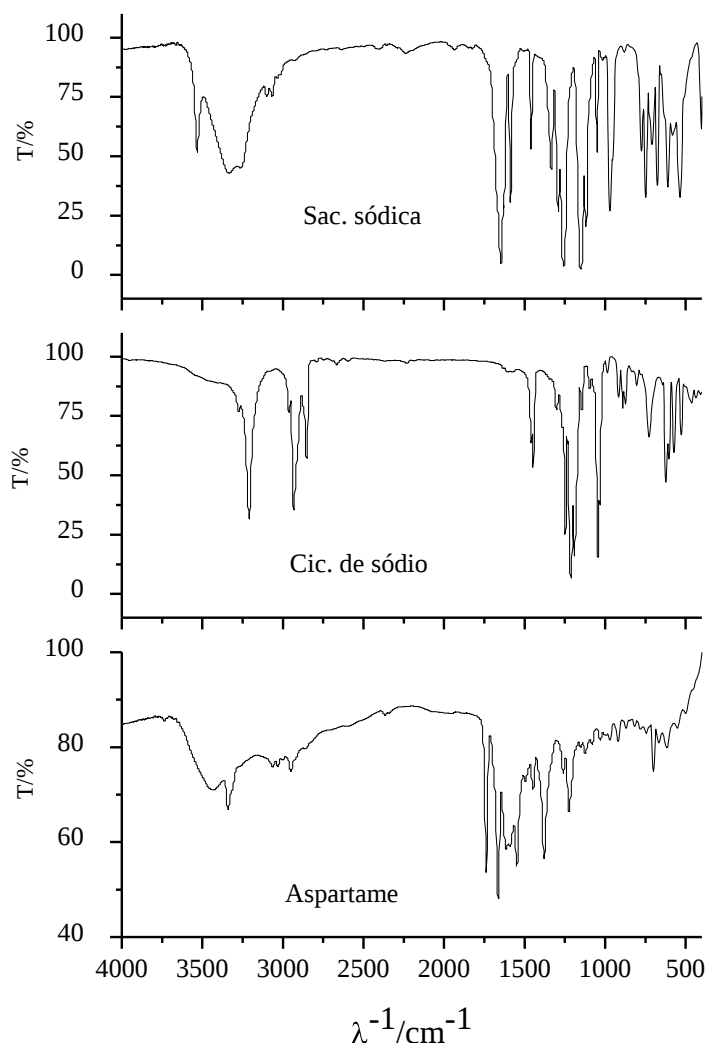


Figura 5.49 Espectros de absorção na região do infravermelho do aspartame, ciclamato de sódio e sacarina sódica.

5.2.3 Análise FT-IR dos adoçantes comerciais D e E

Os espectros de absorção dos adoçantes comerciais D e E (Figura 5.50) foram obtidos com a finalidade de observar a presença de bandas características de aspartame. Isto porque estes apresentaram decomposições em temperaturas próximas as de decomposição do padrão de aspartame (Figura 5.12), apesar do mesmo não ser rotulado como um dos componentes destes adoçantes comerciais. Os espectros apresentaram bandas de absorção que indicam serem referentes às bandas de absorção aspartame, tais como: $\sim 3340 \text{ cm}^{-1}$, $\sim 1590 \text{ cm}^{-1}$ e $\sim 1245 \text{ cm}^{-1}$ atribuídas à deformação axial de N-H,

deformação angular de N-H e deformação axial de C-N, respectivamente, de amins primárias alifáticas (SILVERSTEIN, 2007; DYER, 1965). Estas bandas foram escolhidas por serem referentes ao grupo funcional incomum aos outros componentes destes adoçantes.

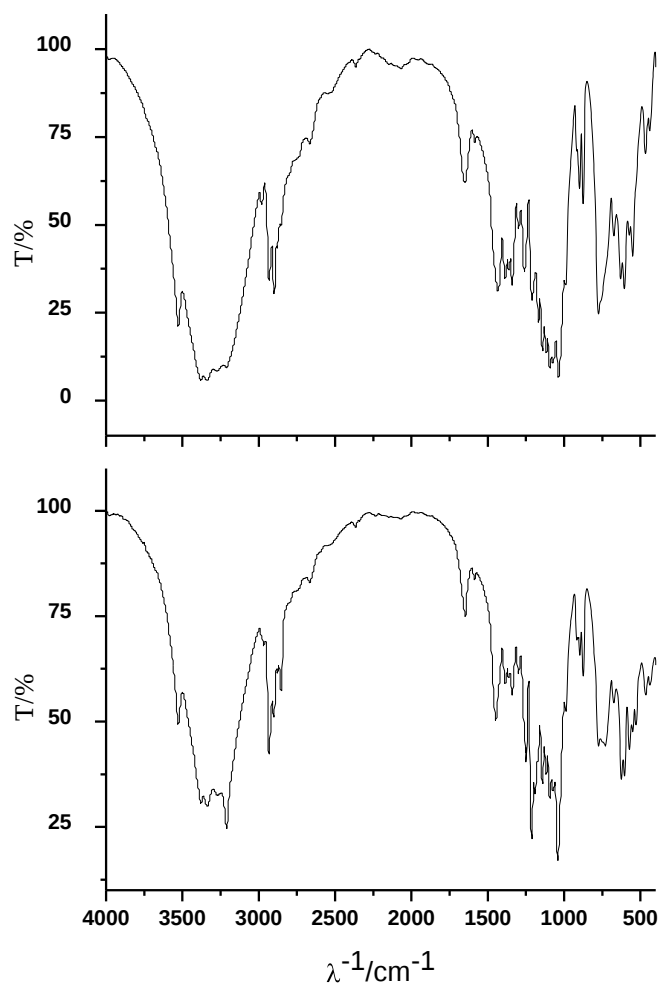


Figura 5.50 Espectros de absorção na região do infravermelho dos adoçantes comerciais D e E.

6 CONCLUSÃO

6 CONCLUSÃO

Entre os adoçantes naturais analisados verificou-se maior estabilidade térmica para a lactose e sacarose, que apresentaram temperaturas iniciais de decomposição térmica próximas de 220 °C, tendo a lactose vantagem por possuir um maior ponto de fusão (213 °C) em relação à sacarose (191 °C). Por causa desta boa estabilidade térmica há uma grande variedade de produtos que utilizam estes adoçantes naturais em suas composições. A menor estabilidade térmica foi observada para a frutose, que possui o menor ponto de fusão (122 °C), assim como uma menor temperatura inicial de decomposição térmica (170 °C).

Entre os adoçantes artificiais analisados verificou-se maior estabilidade térmica para a sacarina sódica, que apresentou o maior ponto de fusão (364 °C), assim como a maior temperatura inicial de decomposição térmica (466 °C sob nitrogênio e 435 °C sob ar). Devido à boa estabilidade térmica da sacarina sódica há no mercado uma grande variedade de produtos que utilizam este adoçante artificial, porém a maioria destes contém ciclamato de sódio, o que compromete a estabilidade térmica destes produtos, visto que o ciclamato de sódio apresenta temperatura inicial de decomposição térmica próximo de 200 °C, como foi verificado neste trabalho. A menor estabilidade térmica foi observada para o aspartame, tendo a menor temperatura inicial de decomposição térmica (158 °C sob nitrogênio e 170 °C sob ar).

Para os adoçantes comerciais analisados observou-se maior estabilidade térmica para os adoçantes L e C, os quais apresentaram temperaturas iniciais de decomposição térmica próximas de 220 °C e pontos de fusão próximos de 215 °C. Os adoçantes A, F e M também apresentaram boa estabilidade, com temperaturas iniciais de decomposição térmica próximas de 210 °C e pontos de fusão próximos de 190 °C. A menor estabilidade térmica foi observada para o adoçante P, que apresentou temperatura inicial de decomposição em 160 °C e ponto de fusão em 130 °C. Os adoçantes B, D, E, I, J, N e O apresentaram baixa estabilidade térmica com temperaturas iniciais de decomposição próximas de 160 °C, provavelmente devido à presença do aspartame, ainda que estes possuam como principal constituinte a lactose, que é o mais estável dos adoçantes naturais.

De acordo com os resultados pôde-se perceber também que todos os adoçantes comerciais possuem em sua composição pelo menos um adoçante natural e sempre são encontrados em grandes proporções, sendo a lactose o principal constituinte de 60 % do total analisados.

De uma maneira geral, os primeiros eventos não apresentaram diferenças significativas entre os perfis das curvas termogravimétricas nas atmosferas de ar ou nitrogênio. Porém, nas reações de decomposição verificou-se que as mesmas foram mais efetivas na atmosfera de ar em relação àquelas em nitrogênio. Isto ocorre porque estas reações são de oxidação da matéria orgânica e dessa maneira é mais efetiva na presença do oxigênio sendo finalizada em torno 520 °C. A reação ocorre também em nitrogênio, sendo mais lenta devido à escassez de oxigênio na atmosfera circundante, de modo que se prolonga na maioria das vezes até o fim do experimento. Essas diferenças são também evidentes nas curvas DTA que apresentaram picos exotérmicos bastante evidentes nas curvas obtidas em ar, o que não se observou nas curvas obtidas em nitrogênio, onde na maioria das vezes o pico apresentou-se endotérmico; ou seja, nas curvas obtidas em ar o pico exotérmico se sobrepõe devido à maior efetividade da reação de oxidação.

A presença do aspartame nos adoçantes D e E verificada pelo estudo das curvas de análise térmica foram também observadas na análise dos espectros de infravermelho destes adoçantes.

REFERÊNCIAS

REFERÊNCIAS

- AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (ANVISA). Considerações sobre o uso do edulcorante aspartame em alimentos. Disponível em:
<http://www.anvisa.gov.br/alimentos/informes/17_190106.htm> Acesso em: 20 mar. 2007.
- ALDRICH. Handbook of Fine Chemicals Laboratory Equipment. São Paulo: Sigma-Aldrich Química Brasil Ltda, 2000-2001.
- ALTSCHUL, A.M. **Low-Calories Foods Handbook**. New York: Marcel Dekker, Inc., 1993.
- ARMENTA, S.; GARRIGUES, S.; DE LA GUARDIA, M. Sweeteners determination in table top formulations using FT-Raman spectrometry and chemometric analysis. **Analytica Chimica Acta**, v. 521, p. 149-155, 2004. Disponível em:
<http://www.sciencedirect.com/science?_ob=MIimg&_imagekey=B6TF4-4CXDR1F-4-K&_cdi=5216&_user=687335&_pii=S0003267004006853&_orig=search&_coverDate=09%2F13%2F2004&_sk=994789997&view=c&wchp=dGLbVzW-zSkzV&md5=75dd30d922b202b8162bde0b1761139c&ie=/sdarticle.pdf> Acesso em: 08 de jul. de 2009.
- ARRUDA, J. G. F.; MARTINS, A. T.; AZOUBEL, R. Ciclamato de sódio e rim fetal Sodium cyclamate and fetal kidney. **Revista Brasileira de Saúde Materna Infantil**, v. 3, n. 2, p. 147-150, 2003. Disponível em:
<<http://www.scielo.br/pdf/rbsmi/v3n2/a03v03n2.pdf>> Acesso em: 19 de nov. de 2008.
- BARBOSA-FILHO, J. M.; PAMPLONA, F. V.; RABELO, L. A.; LEMOS, V. S.; PIUVESAM, M. R.; SOUZA, M. F. V.; et al. Uma Revisão Sobre a Ocorrência de Sacarose no Reino Vegetal. **Farmácia & Química**, v. 33, n. 2/3, p. 6-22, 2002. Disponível em:
<http://artigocientifico.tebas.kinghost.net/uploads/artc_1146350889_85.pdf> Acesso em: 15 nov. 2008.
- BARREIROS, R. C.; BOSSOLAN, G.; TRINDADE, C. E. P. Frutose em humanos: Efeitos metabólicos, utilização clínica e erros inatos associados. **Revista de Nutrição**, v. 18, n. 3, p. 337-389, 2005. Disponível em:
<<http://www.scielo.br/pdf/rn/v18n3/a10v18n3.pdf>> Acesso em: 23 jul. 2009.
- BASTIN, S. Nonnutritive sweeteners. Extension Food and Nutrition specialist. Disponível em:
<<http://www.ca.uky.edu/agc/pubs/fcs3/fcs3105/fcs3105.pdf>> Acesso em: 23 ago. 2006.
- BEYER, P.L.; CAVIAR, E.M.; MCCALLUM, R.W. Fructose intake at current levels in the United States may cause gastrointestinal distress in normal adults. **Journal of the American Dietetic Association**. 105 (2005) 1559-1566. Disponível em:
<http://www.sciencedirect.com/science?_ob=MIimg&_imagekey=B758G-4HC0XG1-H-1&_cdi=12926&_user=687335&_pii=S0002822305012125&_orig=browse&_coverDate=10%2F31%2F2005&_sk=998949989&view=c&wchp=dGLbVtb-zSkWA&md5=e0c5dc26e2af5a505d863c42e2e764a4&ie=/sdarticle.pdf> Acesso em: 30 ago. 2008.

BOPP, B. A.; PRICE, P. Cyclamate. In: NABORS, L. O. **Alternative sweeteners**. 3. ed. New York: Marcel Dekker, Inc. 2001. Disponível em:
<http://fars.itvhe.ac.ir/_fars/Documents/2001-19936.pdf#page=14> Acesso em: 22 ago. 2008.

BRASIL. Ministério da Saúde. **Portaria** nº540 de 27 de outubro de 1997. Regulamento Técnico: Aditivos Alimentares: Definições, Classificação e Emprego.. Disponível em:
<http://www.anvisa.gov.br/legis/portarias/540_97.htm> Acesso em: 20 de out. 2008.

BRAY, G. A.; NIELSEN, S. J.; POPKIN, B. M. Consumption of high-fructose corn syrup in beverages may play a role in the epidemic of obesity. **American Journal of Clinical Nutrition**, v. 79, p. 537-543, 2004. Disponível em:
<<http://www.ajcn.org/cgi/reprint/79/4/537>> Acesso em: 20 maio 2009.

BROWN, M. E. **Introduction to THERMAL ANALYSIS: Técnicas e aplicações**. New York: Champman and Hall Ltd; 1988.

BROWN, G. K. Glucose transporters: Structure, function and consequences of deficiency. **Journal of Inherited Metabolic Disease**, v. 23, n. 3, p. 237-246, 2000.
<<http://www.springerlink.com/content/k12m777487038577/fulltext.pdf>> Acesso em 23 out. 2008.

BUTCHKO, H. H.; STARGELB, W.; COMERC, C.; MAYHEWD, D.; BENNINGER, C.; BLACKBURN, G.; et al. Aspartame: review of safety. **Regulatory Toxicology and Pharmacology**, v. 35, p. 1-93, 2002. Disponível em:
<<http://www.dietetica.ufba.br/Temas/ACUCARES/ASPARTAME.pdf>> Acesso em: 23 jul. 2008.

CAPITAN-VALLVEY, L. F.; VALENCIA, M. C.; NICOLÁS, E. A.; GARCÍA-JIMÉNEZ, J. F. Resolution of an intense sweetener mixture by use of a flow injection sensor with on-line solid-phase extraction. **Analytical and Bioanalytical Chemistry**, v. 385, p. 385-391, 2006. Disponível em:
<<http://www.springerlink.com/content/huw685650612p122/fulltext.pdf>> Acesso em: 12 nov. 2008.

CARDELLO, H. M. A. B., SILVA, M. A. P. A., DAMASIO, M. H. Measurement of the relative sweetness of stevia extract, aspartame and cyclamate/saccharin blend as compared to sucrose at different concentrations. **Plant Foods for Human Nutrition**, v. 54, p. 119-130, 1999. Disponível em:
<<http://www.springerlink.com/content/x735763uw7141548/fulltext.pdf>> Acesso em: 27 jul. 2008.

CARDOSO, J. M. P., BATTOCHIO, J. R., CARDELLO, H. M. A. B. Equivalência de dulçor e poder edulcorante de edulcorantes em função da temperatura de consumo em bebidas preparadas com chá-mate em pó solúvel. **Ciência Tecnologia Alimento**, v. 24, n. 3, p. 448-452, 2004. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/cta/v24n3/21941.pdf>> Acesso em: 18 jul. 2008.

CARMINATTI, C. A. **Ensaio de Hidrólise Enzimática da Lactose em Reator a Membrana Utilizando Beta-Galactosidade *Kluyveromises lactis***. 2001. 79 f. Dissertação

(Mestrado em Engenharia Química) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2001.

CARVALHO, L. C. **Estudos termoanalíticos dos edulcorantes acessulfame-k, aspartame, ciclamato, esteviosídeo e sacarina**. 2007. 89 f. Dissertação (Mestrado em Química Analítica) – Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2007.

CASALS, I.; REIXACH, M.; AMAT, J.; FUENTES, M.; SERRA-MAJEM, L. Quantification of cyclamate and cyclohexylamine in urine samples using high-performance liquid chromatography with trinitrobenzenesulfonic acid pre-column derivatization. **Journal of Chromatography A**, v. 750, p. 397-402, 1996. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science?_ob=MIimg&_imagekey=B6TG8-3S95N46-1J-3&_cdi=5248&_user=687335&_pii=0021967396005298&_origin=search&_coverDate=10%2F25%2F1996&_sk=992499998&_view=c&_wchp=dGLzVzz-zSkzV&md5=d850d7a41a14fe5476e56c53a521d1b6&ie=/sdarticle.pdf Acesso em: 08 jul. 2009.

CESARETTI, M. L. R.; KOHLMANN JUNIOR, O. Modelos experimentais de resistência à insulina e obesidade: Lições aprendidas. **Arquivos Brasileiros de Endocrinologia & Metabologia**, v. 50, n. 2, p. 190-197, 2006. Disponível em: <http://www.scielo.br/pdf/abem/v50n2/29302.pdf> Acesso em: 17 jul. 2009.

CHEN, Q.; MOU, S. Separation and determination of four artificial sweeteners and citric acid by high-performance anion-exchange chromatography. **Journal of Chromatography A**, v. 771, p. 135-143, 1997. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science?_ob=MIimg&_imagekey=B6TG8-3SB1PPB-K-1&_cdi=5248&_user=687335&_pii=S0021967397000678&_orig=search&_coverDate=05%2F30%2F1997&_sk=992289998&_view=c&_wchp=dGLbVzb-zSkzV&md5=81031d37ea9353b3e42c601b83d013cc&ie=/sdarticle.pdf Acesso em: 08 jul. 2009.

CONCEIÇÃO, M. M.; FERNANDES JR, V. J.; SOUZA, A. G.; NASCIMENTO, T. G.; ARAGÃO, C. F. S.; MACEDO, R. O. Study of thermal degradation and its products of conversion in sweetener using isothermal thermogravimetry and HPLC. **Thermochimica Acta**, v. 433, p. 163-169, 2005. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science?_ob=MIimg&_imagekey=B6THV-4FXHJ8H-1-K&_cdi=5292&_user=687335&_pii=S0040603105001280&_orig=search&_coverDate=08%2F01%2F2005&_sk=995669998&_view=c&_wchp=dGLbVzzzSkzS&md5=7fd4eaab66fd1af61327b8030e0ab645&ie=/sdarticle.pdf Acesso em: 06 jun. 2008.

COX, T. M. The genetic consequences of our sweet tooth. **Nature Reviews Genetics**, v. 3, p. 481-487, 2002. Disponível em: <http://www.nature.com/nrg/journal/v3/n6/pdf/nrg815.pdf> Acesso em: 23 jul. 2009.

CURY, B. S. F.; BUENO, J. H. F.; SILVA JÚNIOR, N. P.; CASTRO, A. D.; GREMIÃO, M. P. D. Influência das propriedades de granulados de lactose nas características físicas dos comprimidos. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada**, v. 28, n. 1, p. 85-92, 2007. Disponível em: http://www.fcfar.unesp.br/revista_pdfs/vol28n1/trab10.pdf Acesso em: 12 abr. 2009.

D'ANCI, K. E; WATTS, K. L.; KANAREK, R. B.; TAYLOR, H. A. Low-carbohydrate weight-loss diets. Effects on cognition and mood. **Appetite**, v. 52, p. 96-103, 2009. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science?_ob=MIImg&_imagekey=B6WB2-4TB181Y-1-H&_cdi=6698&_user=687335&_pii=S0195666308005515&_orig=search&_coverDate=02%2F28%2F2009&_sk=999479998&view=c&wchp=dGLzVtb-zSkzS&md5=eb3b9068df5e98573016a903c2fa9c00&ie=/sdarticle.pdf> Acesso em 10 set. 2009.

DAVIS, E. A. Functionality of sugars: physiochemical interactions in foods. **The American Journal of Clinical Nutrition**, v. 62, n. 1, p. 170-177, 1995. Disponível em: <<http://www.ajcn.org/cgi/reprint/62/1/170S>> Acesso em: 08 maio 2009.

DUFFY, B. D.; SIGMAN-GRANT, M. Position of the American Dietetic Association: Use of nutritive and nonnutritive sweeteners. **Journal of the American Dietetic Association**, v. 104, n. 2, p. 255-275, 2004. Disponível em: <<http://www.eatright.org/About/Content.aspx?id=8363>> Acesso em: 14 jul. 2009.

DYER, J.R. **Aplicações da Espectroscopia de Absorção aos compostos Orgânicos**. 1.ed. São Paulo: Edgard Blücher LTDA; 1965.

FATIBELLO-FILHO, O.; VIEIRA, I. C.; GOUVEIA, S. T.; CALAFATTI, S. A; SANTOS, G. A. J. M. Adoçantes artificiais. **Química Nova**, v. 19, n. 3, p. 248-257, 1996. Disponível em: <http://quimicanova.sbq.org.br/qn/qnol/1996/vol19n3/v19_n3_07.pdf> Acesso em: 19 out. 2009.

FUNARI, V. A.; CRANDALL, J. E.; TOLAN, D. R. Fructose metabolism in the cerebellum. **The Cerebellum**, v. 6, p. 130-140, 2007. Disponível em: <<http://www.springerlink.com/content/571p2n5u43741616/>> Acesso em: 27 maio 2008.

GARNIER-SAGNE, I.; LEBLANC, J. C.; VERGER, P. H. Calculation of the intake of three intense sweeteners in young insulin-dependent diabetic. **Food and Chemical Toxicology**, v. 39, p. 745-749, 2001. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science?_ob=MIImg&_imagekey=B6T6P-436FD9W-D-1&_cdi=5036&_user=687335&_pii=S0278691501000035&_orig=search&_coverDate=07%2F31%2F2001&_sk=999609992&view=c&wchp=dGLzVzbzSkzV&md5=18cc41c5aba00d510fb4fb138f81cfee&ie=/sdarticle.pdf> Acesso em: 19 out. 2009.

GENETICS HOME REFERENCE, 2008. Disponível em: <<http://ghr.nlm.nih.gov/condition=galactosemia>> Acesso em: 22 nov. 2009.

GILLI, G.; SCHILIR, T.; TRAVERSI, D.; PIGNATA, C.; CORDARA, S.; CARRARO, E. Formaldehyde adduct to human serum albumin with reference to aspartame intake. **Environmental Toxicology and Pharmacology**, v. 25, p. 89-93, 2008. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science?_ob=MIImg&_imagekey=B6T6D-4PNTW9X-1-1&_cdi=5028&_user=687335&_pii=S1382668907001184&_origin=search&_coverDate=01%2F31%2F2008&_sk=999749998&view=c&wchp=dGLzVzz-zSkzS&md5=a59a24af9a49f8fb0c685734b59a3c5&ie=/sdarticle.pdf> Acesso em: 22 set. 2008.

HALLFRISCH, J. Metabolic effects of dietary fructose. **FASEB J**, v. 4, p. 2652-2660, 1990. Disponível em: <<http://www.fasebj.org/cgi/reprint/4/9/2652>> Acesso em: 19 maio 2009.

HATAKEYAMA, T.; QUINN, F. X. **Thermal Analysis: Fundamentals and Applications to Polymer Science**. 2. ed. England: John Wiley & Sons Ltd., 1999.

HEIDELBERG, A. H. V. **Thermal Analysis: Terms, Methods, Applications**. Germany: Friedric Oehme 1987.

HILL, J. W.; FEIGL, D. M.; BAUM, S. J. **Chemistry and life: an introduction to general, organic, and biological chemistry**. 4. ed. New York: Macmillan Publishing Company, 1993.

HOLLER, F. J.; SKOOG, D. A.; CROUCH, S. R. **Princípios de Análise Instrumental**. 6. ed. Porto Alegre: Bookman, 2009.

IBGE. Levantamento Sistemático da Produção Agrícola. Sistema IBGE de recuperação automática- SIDRA, 2007. Disponível em: <www.sidra.ibge.gov.br> Acesso em: 20 jul. 2008.

LIDE, D. R. **Handbook of chemistry and physics**. 72. ed. Boca Raton: CRC press; 1991-1992.

LLAMAS, N. E.; DI NEZIO, M. S.; PALOMEQUE, M. E.; BAND, B. S. F. Automated turbidimetric determination of cyclamate in low calorie soft drinks and sweeteners without pre-treatment. **Analytica Chimica Acta**, v. 539, p. 301-304, 2005. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science?_ob=MIimg&_imagekey=B6TF4-4FWT3YD-6-1&_cdi=5216&_user=687335&_pii=S0003267005004964&_orig=browse&_coverDate=05%2F10%2F2005&_sk=994609998&_view=c&_wchp=dGLbVlz-zSkzk&md5=6eb3bc627e435c2d20c953b1b6ca66bd&ie=/sdarticle.pdf> Acesso em: 08 jul. 2009.

_____. Direct Determination of Saccharin and Acesulfame-K in Sweeteners and fruit Juices powders. **Food Analitical Methods**, v. 1, p. 43-48, 2008. Disponível em: <<http://www.springerlink.com/content/8227q32q3313m136/>> Acesso em: 10 maio 2009.

MAHAN, L. K.; ARLIN, M. T. **Krause: alimentos, nutrição e dietoterapia**. 8. ed. São Paulo: Roca, 1994.

MORAIS, L.C.; DWECK, J.; VALENZUELA-DIAZ, F.R.; BÜCHLER, P.M. Characterization of lactose and derived products in dairy product industry effluents processing. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 82, p.315-318, 2005. Disponível em: <<http://www.akademai.com/content/1k4u575437884745/fulltext.pdf?page=1>> Acesso em: 27 ago. 2007

NABORS, L. O. Alternative Sweeteners: An Overview. In: _____ **Alternative sweeteners**. 3. ed. New York: Marcel Dekker, Inc. 2001. Disponível em: <<http://fars.itvhe.ac.ir/fars/Documents/2001-19936.pdf#page=14>> Acesso em: 22 ago. 2008.

NATIONAL DIABETES STATISTICS. National Institute of Diabetes and Digestive and Kidney Diseases. Disponível em:
<www.diabetes.niddk.nih.gov/dm/pubs/statistics/index.htm#7/ 2005> Acesso em: 15 set. 2008.

NAUMOV, P.; JOVANOVIŠK, G.; ABBRENT, S.; TERGENIUS, L. E. Thermal behavior of the saccharinates of K^+ , Na^+ , Rb^+ , Cs^+ e NH_4^+ : structural interferences. **Thermochimica Acta**, v. 359, p. 123-130, 2000. Disponível em:
<http://www.sciencedirect.com/science?_ob=MIimg&_imagekey=B6THV-40PRHB8-5-P&_cdi=5292&_user=687335&_pii=S0040603100005190&_orig=browse&_coverDate=08%2F28%2F2000&_sk=996409997&_view=c&_wchp=dGLbVlz-zSkzS&_md5=96e20910969fbeb2fa40dc95283df985&_ie=/sdarticle.pdf> Acesso em: 20 ago. 2008.

NI, Y.; HUANG, C.; KOKOT, S. A kinetic spectrophotometric method for the determination of ternary mixtures of reducing sugars with the aid of artificial neural networks and multivariate calibration. **Analytica Chimica Acta**, v. 480, p. 53-65, 2003. Disponível em:
<http://www.sciencedirect.com/science?_ob=MIimg&_imagekey=B6TF4-47RBKM4-3-1M&_cdi=5216&_user=687335&_pii=S0003267002016549&_orig=browse&_coverDate=03%2F17%2F2003&_sk=995199998&_view=c&_wchp=dGLzVtz-zSkzV&_md5=5c955ebbcc860e035f6c1c88033f37fb&_ie=/sdarticle.pdf> Acesso em: 08 jul 2009.

OLIVEIRA, A. P. V.; FRASSON, K.; ALMEIDA, T. C. A. Aceitação de sobremesas lácteas dietéticas e formuladas com açúcar: Teste afetivo e mapa de preferência interno. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 24, n. 4, p. 627-633, 2004. Disponível em:
<<http://www.scielo.br/pdf/cta/v24n4/a25v24n4.pdf>> Acesso em: 25 jun. 2008.

OZDEMIR, M.; SADIKOGLU, H. Characterization of rheological properties of systems containing sugar substitutes and carrageenan. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 6, p. 439-444, 1998. Disponível em:
<<http://www3.interscience.wiley.com/cgi-bin/fulltext/119127861/PDFSTART>> Acesso em: 23 maio 2008.

PEARSON, R. L. Saccharin. In: NABORS, L. O. **Alternative sweeteners**. 3. ed. New York: Marcel Dekker, Inc. 2001. Disponível em: <<http://fars.itvhe.ac.ir/fars/Documents/2001-19936.pdf#page=14>> Acesso em: 22 ago. 2008.

PIMENTEL, A. S.; ARBILLA, G. Cinética Não-Isotérmica na Análise Térmica De Sólidos. **Química Nova**, v. 21, n. 3, p. 263-266, 1998. Disponível em:
<<http://www.scielo.br/pdf/qn/v21n3/3273.pdf>> Acesso em: 23 mar. 2009.

PINHEIRO, M. V.; OLIVEIRA, M. N.; PENNA, A. L. B.; TAMINE, A. Y. The effect of different sweeteners in low-calorie yogurts – a review. **International Journal of Dairy Technology**, v. 58, n. 4, p. 193-199, 2005. Disponível em:
<<http://www.aseanfood.info/Articles/11024960.pdf>> Acesso em: 26 nov. 2008.

POUCHERT, C. J. **The Aldrich library of infrared spectra**. 3.ed. Saint Paul:Aldrich Chemical Company, Inc; 1981.

PRICE, J. M.; BIAVA, C. G.; OSER, B. L.; VOGIN, E. E.; STEINFELD, J.; LEY, H. L. Bladder tumors in rats fed cyclohexylamine or high doses of cyclamate and saccharin. **Science**, v. 167, p. 1131-1132, 1970. Disponível em: <http://www.sciencemag.org/cgi/reprint/167/3921/1131.pdf>> Acesso em: 20 ago. 2008.

RAEMY, A. Behavior of foods studied by Thermal Analysis. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 71, p. 273-278, 2003. Disponível em: <http://www.springerlink.com/content/g7441181270g5m67/fulltext.pdf>> Acesso em: 19 nov. 2008.

RENEWICK, A. G.; WILLIAMS, R. T. The metabolites of cyclohexylamine in man and certain animals. **Biochemical Journal**, v. 129, p. 857-867, 1972. Disponível em: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC1174231/pdf/biochemj00621-0070.pdf>> Acesso em: 23 jul. 2009.

SANTOS, J. C. O.; SANTOS, I. M. G.; CONCEIÇÃO, M. M.; PORTO, S. L.; TRINDADE, M. F. S.; SOUZA, A. G.; et al. Thermoanalytical, kinetic and rheological parameters of commercial edible vegetable oils. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 75, p. 419-428, 2004. Disponível em: <http://www.springerlink.com/content/m88x2g024044n57l/fulltext.pdf>> Acesso em: 04 maio 2009.

SIGMAN-GRANT, M.; MORITA, J. Defining and interpreting intakes of sugars. **The American Journal of Clinical Nutrition**, v. 78, n. 4, p. 815-826, 2003. Disponível em: <http://www.ajcn.org/cgi/reprint/78/4/815S>> Acesso em: 28 out. 2008.

SILVA, S.A.; CONCEIÇÃO, M. M.; SOUZA, A. G.; PRAZAD, S.; SILVA, M. C. D.; FERNANDES JR, V.J.; et al. Calorimetric and kinetic parameters of manioc derivatives. **Thermochimica Acta**, v. 328, p. 177-181, 1999. Disponível em: http://www.sciencedirect.com/science?_ob=MIimg&_imagekey=B6THV-3W6F74Y-V-7&_cdi=5292&_user=687335&_pii=S004060319800639X&_orig=search&_coverDate=03%2F22%2F1999&_sk=996719998&_view=c&_wchp=dGLbVzz-zSkzS&_md5=15f80dc1914c9b78b13fab8cd5583f15&_ie=/sdarticle.pdf> Acesso em: 28 out. 2008.

SILVA, V. K. L. **Estudo da estabilidade térmica do paracetamol em formulações farmacêuticas distintas produzidas pelo NUPLAN – UFRN**. 2002. 114 f.. Dissertação (Mestrado em Química) – Programa de Pós-Graduação em Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2002.

SILVERSTEIN, R. M. **Identificação espectrométrica de compostos orgânicos**./ Robert M. Silverstein, Francis X. Webster, David J. Kiemle;. 7. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2007. Tradução Ricardo Bicca de Alencastro.

SIMENCIO, R.L., **Potencialidade do uso de tratamentos quimiométricos de dados termogravimétricos: formulação farmacêutica e adoçante artificial**. 2005. 95 p. Dissertação (Mestrado em Química Analítica) – Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2005.

STEGINK, L. D. The aspartame story: a model for the clinical testing of a food additives. **The American Journal of Clinical Nutrition**, v. 46, p. 204-215, 1987. Disponível em: <<http://www.ajcn.org/cgi/reprint/46/1/204>> Acesso em: 20 ago. 2008.

TEFF, K. L.; ELLIOT, S. S.; TSCHOP, M.; KIEFFER, T. J.; RADER, D.; HEIMAN, M. et al. Dietary Fructose Reduces Circulating Insulin and Leptin, Attenuates Postprandial Suppression of Ghrelin, and Increases Triglycerides in Women. **Journal of Clinical Endocrinology & Metabolism**, v. 89, n. 6, p. 2963-2972, 2004. Disponível em: <<http://jcem.endojournals.org/cgi/reprint/89/6/2963>> Acesso em: 23 jun. 2009.

TEMUSSI, P. A. Natural sweet macromolecules: how sweet proteins work. **Cellular and Molecular Life Sciences**, v. 63, p. 1876-1888, 2006. Disponível em: <<http://www.springerlink.com/content/e745k31675411630/fulltext.pdf>> Acesso em: 27 maio 2008.

TOZETTO, A.; DEMIATE, I. M.; NAGATA, N. Análise exploratória de adoçantes de mesa via espectroscopia no infravermelho (FTIR) e análise por componentes principais (ACP). **Ciências Tecnologia e Alimentos**, v.27, n. 4, p. 723-728, 2007. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/cta/v27n4/08.pdf>> Acesso em: 06 jun. 2008.

UÇAR, I.; KARABULUT, B.; BULUT, A.; BÜYÜKGÜNGÖR, O. Crystal structure and EPR studies of mixed ligand complex of cobalt(II) with saccharin and ethylisonicotine. **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, 71 (2008) 1239-1245. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science?_ob=MIImg&_imagekey=B6VNG-4S7BDN2-1-12&_cdi=6178&_user=687335&_pii=S1386142508002047&_origin=search&_coverDate=12%2F15%2F2008&_sk=999289995&view=c&wchp=dGLzVlz-zSkWb&md5=fe9bcaa141c555acef36420e0d06e6e0&ie=/sdarticle.pdf> Acesso em: 20 set. 2009.

VIEIRA, I. C.; FATIBELLO-FILHO, O. Determinação espectrofotométrica de aspartame em produtos dietéticos usando ninidrina como reagente. **Química Nova**, v. 18, n. 3, p. 250-254, 1995. Disponível em: <http://quimicanova.sbq.org.br/qn/qnol/1995/vol18n3/v18_n3_02.pdf> Acesso em: 12 set. 2008.

VISSOTTO, F. Z.; GOMES, C. R. Caracterização do comportamento reológico e da textura de chocolates sem sacarose. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 8, n. 193, p. 107-111, 2005. Disponível em: <<http://bj.ital.sp.gov.br/artigos/brazilianjournal/free/c05193.pdf>> Acesso em: 19 de nov. de 2008.

VOGEL, A. I. **Análise Química Quantitativa**. 6. ed. Rio de Janeiro: Livros Técnico e Científicos, 2002.

ZHU, Y.; GUO, Y.; YE, M.; JAMES, F. S. Separation and simultaneous determination of four artificial sweeteners in food and beverages by ion chromatography. **Journal of Chromatography A**, v. 1085, p. 143-146, 2005. Disponível em: <[http://www.sciencedirect.com/science?_ob=MIImg&_imagekey=B6TG8-4FS23DX-1-9&_cdi=5248&_user=687335&_pii=S0021967304023350&_orig=search&_coverDate=08%](http://www.sciencedirect.com/science?_ob=MIImg&_imagekey=B6TG8-4FS23DX-1-9&_cdi=5248&_user=687335&_pii=S0021967304023350&_orig=search&_coverDate=08%2F15%2F2008)>

[2F26%2F2005&_sk=989149998&view=c&wchp=dGLzVtz-zSkzV&md5=e5e7810bcb818b6ee04b216883bab02a&ie=/sdarticle.pdf](http://www.edulife.com.br/dados%5CArtigos%5CNutricao%5CObesidade%20e%20Sindrome%20Metabolica%5CDietary%20piramid%20-%20does%20the%20foundation%20need%20a%20repair.pdf)> Acesso em: 12 nov. 2008.

WILLETT, W. C. The dietary pyramid: Does the foundation need repair? **The American Journal of Clinical Nutrition**, v. 68, p. 218-219, 1998. Disponível em: <<http://www.edulife.com.br/dados%5CArtigos%5CNutricao%5CObesidade%20e%20Sindrome%20Metabolica%5CDietary%20piramid%20-%20does%20the%20foundation%20need%20a%20repair.pdf>> Acesso em: 20 maio 2009.

YEBRA, M.C.; BERMEJO, P. Indirect determination of cyclamate by an on-line continuous precipitation-dissolution flow system. **Talanta**, v. 45, p. 1115 -1122, 1998. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science?_ob=MImg&_imagekey=B6THP-3SBN1KJ-B-7&_cdi=5288&_user=687335&_pii=S0039914097002191&_orig=search&_coverDate=04%2F30%2F1998&_sk=999549993&view=c&wchp=dGLbVtz-zSkWb&md5=7efe9b7befe5e93fff0f82aab45786e5&ie=/sdarticle.pdf> Acesso em: 08 jul. 2009.

YUCHENG, J.; SHIYANG, G.; SHUPING, X.; MANCHENG, H.; JIANJI, W.; YAN, L.; KELEI, Z. The enthalpy and entropy interaction parameters of cesium chloride with saccharides (D-glucose, D-fructose and sucrose) in water at 298.15 K. **Thermochimica Acta**, v. 400, p. 37-42, 2003. Disponível em: <http://www.sciencedirect.com/science?_ob=MImg&_imagekey=B6THV-471VY6N-2-N&_cdi=5292&_user=687335&_pii=S0040603102004768&_orig=search&_coverDate=04%2F17%2F2003&_sk=995999998&view=c&wchp=dGLzVlb-zSkzk&md5=f640d0da65da9e32043b5766e2a540ae&ie=/sdarticle.pdf> Acesso em: 19 nov. 2008.

Livros Grátis

(<http://www.livrosgratis.com.br>)

Milhares de Livros para Download:

[Baixar livros de Administração](#)

[Baixar livros de Agronomia](#)

[Baixar livros de Arquitetura](#)

[Baixar livros de Artes](#)

[Baixar livros de Astronomia](#)

[Baixar livros de Biologia Geral](#)

[Baixar livros de Ciência da Computação](#)

[Baixar livros de Ciência da Informação](#)

[Baixar livros de Ciência Política](#)

[Baixar livros de Ciências da Saúde](#)

[Baixar livros de Comunicação](#)

[Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE](#)

[Baixar livros de Defesa civil](#)

[Baixar livros de Direito](#)

[Baixar livros de Direitos humanos](#)

[Baixar livros de Economia](#)

[Baixar livros de Economia Doméstica](#)

[Baixar livros de Educação](#)

[Baixar livros de Educação - Trânsito](#)

[Baixar livros de Educação Física](#)

[Baixar livros de Engenharia Aeroespacial](#)

[Baixar livros de Farmácia](#)

[Baixar livros de Filosofia](#)

[Baixar livros de Física](#)

[Baixar livros de Geociências](#)

[Baixar livros de Geografia](#)

[Baixar livros de História](#)

[Baixar livros de Línguas](#)

[Baixar livros de Literatura](#)
[Baixar livros de Literatura de Cordel](#)
[Baixar livros de Literatura Infantil](#)
[Baixar livros de Matemática](#)
[Baixar livros de Medicina](#)
[Baixar livros de Medicina Veterinária](#)
[Baixar livros de Meio Ambiente](#)
[Baixar livros de Meteorologia](#)
[Baixar Monografias e TCC](#)
[Baixar livros Multidisciplinar](#)
[Baixar livros de Música](#)
[Baixar livros de Psicologia](#)
[Baixar livros de Química](#)
[Baixar livros de Saúde Coletiva](#)
[Baixar livros de Serviço Social](#)
[Baixar livros de Sociologia](#)
[Baixar livros de Teologia](#)
[Baixar livros de Trabalho](#)
[Baixar livros de Turismo](#)