



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
AGROECOLOGIA E DESENVOLVIMENTO RURAL**

**EFEITO DO ARMAZENAMENTO NAS CARACTERÍSTICAS
MICROBIOLÓGICAS E FÍSICO-QUÍMICAS DO AÇÚCAR MASCAVO**

CAROLINA DA SILVA PEREZ

Araras

Mai 2023



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM AGROECOLOGIA
E DESENVOLVIMENTO RURAL**

**EFEITO DO ARMAZENAMENTO NAS CARACTERÍSTICAS
MICROBIOLÓGICAS E FÍSICO-QUÍMICAS DO AÇÚCAR MASCAVO**

CAROLINA DA SILVA PEREZ

**ORIENTADORA: PROF^a. DR^a. MARTA REGINA VERRUMA-BERNARDI
COORIENTADOR: PROF. DR. GILBERTO RODRIGUES LISKA**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Agroecologia e Desenvolvimento Rural como requisito para a obtenção do título de MESTRE EM AGROECOLOGIA E DESENVOLVIMENTO RURAL.

Araras
Maio 2023

Perez, Carolina da Silva

Efeito do armazenamento nas características
microbiológicas e físico-químicas do açúcar mascavo /
Carolina da Silva Perez -- 2023.
83f.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de São
Carlos, campus Araras, Araras
Orientador (a): Marta Regina Verruma-Bernardi
Banca Examinadora: Dr. Victor Augusto Forti, Dra.
Nataly Maria Viva de Toledo
Bibliografia

1. Qualidade. 2. Composição química. 3. Umidade. I.
Perez, Carolina da Silva. II. Título.

Ficha catalográfica desenvolvida pela Secretaria Geral de Informática
(SIn)

DADOS FORNECIDOS PELO AUTOR

Bibliotecário responsável: Maria Helena Sachi do Amaral - CRB/8
7083



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Agrárias
Programa de Pós-Graduação em Agroecologia e Desenvolvimento Rural

Folha de Aprovação

Defesa de Dissertação de Mestrado da candidata Carolina da Silva Perez, realizada em 26/05/2023.

Comissão Julgadora:

Profa. Dra. Marta Regina Verruma Bernardi (UFSCar)

Prof. Dr. Victor Augusto Forti (UFSCar)

Prof. Dr. Nataly Maria Viva de Toledo (UNAR)

O Relatório de Defesa assinado pelos membros da Comissão Julgadora encontra-se arquivado junto ao Programa de Pós-Graduação em Agroecologia e Desenvolvimento Rural.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus por permitir que tudo isso acontecesse, ao longo de minha vida, e não somente nestes anos como universitária, e que em todos os momentos é o maior mestre que alguém pode conhecer.

Ao meu amado esposo Danilo por nunca medir esforços para que esse sonho se tornasse real e sempre me apoiar em qualquer decisão profissional que eu escolhesse para minha vida.

Aos meus pais Claudia e Jânio, por todo amor e dedicação, incentivo e investimento em meus estudos.

Aos meus avós, tias(os) e amigos(as), que nunca deixaram de apoiar minhas escolhas e sempre tiveram uma palavra de conforto em momentos de incerteza e angústia.

À Igreja do Evangelho Quadrangular de Pilar do Sul, e a meus Pastores, sou grata por toda oração e aconselhamento.

Aos meus mestres, que contribuíram para a construção do meu conhecimento e que despertaram o meu amor pelo ensino e pesquisa.

A UNISEPE de Registro, a qual tenho o prazer de fazer parte do corpo docente, por me dar a oportunidade de construir uma carreira acadêmica e evoluir desde a minha formação como graduada. Agradeço ao Ricardo Nakamura pela primeira oportunidade como docente, ao atual coordenador Erick por todo apoio e compreensão e aos meus colegas professores.

Ao Programa de Pós-Graduação em Agroecologia e Desenvolvimento Rural e em especial à Cris, secretaria do programa.

À Maria Helena Sachi do Amaral da Biblioteca Araras - UFSCar;

Aos professores, pesquisadores, técnicos e alunos envolvidos neste projeto: Marta Regina Verruma-Bernardi; Gilberto Rodrigues Liska (PPGADR/UFSCar); Sandra Regina Ceccato-Antonini e Ligiane D. Shirahigue (LAMAN/UFSCar); Maria Teresa Mendes Ribeiro Borges e Silvia Raquel Bettani (LAST/UFSCar); João Henrique Nascimento da Silva (LAS/UFSCar); Yara Carolina Moura de Souza (aluna PPGADR); Gustavo Verruma Bernardi; Laura Daniele Sanches Leal e Paula Porrelli Moreira da Silva (ESALQ/USP).

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES), Código de Financiamento 001.

Em especial a minha orientadora Marta Regina Verruma Bernardi, por ter sido uma ponte entre novos conhecimentos adquiridos e que, com muita calma e tranquilidade, me conduziu da melhor forma possível até o término deste estudo. Com muito carinho me lembrarei dos seus ensinamentos ao longo da minha jornada profissional.

“A menos que modifiquemos a nossa maneira de pensar, não seremos capazes de resolver os problemas causados pela forma como nos acostumamos a ver o mundo” (Albert Einstein)

SUMÁRIO

ÍNDICE DE TABELAS	ix
ÍNDICE DE FIGURAS	xi
RESUMO	xii
ABSTRACT	xiii
1 INTRODUÇÃO	13
2 OBJETIVO	18
3 REVISÃO DE LITERATURA	19
3.1 Cana-de-açúcar	19
3.2 Produção do açúcar mascavo	20
3.3 Qualidade do açúcar mascavo	21
3.4 Estudos sobre o armazenamento do açúcar mascavo	25
4 MATERIAL E MÉTODOS	27
4.1 Matéria-prima	27
4.2 Análises microbiológicas	30
4.2.1 Bolores e leveduras.....	30
4.2.2 Bactérias mesófilas aeróbicas.....	31
4.2.3 Coliformes totais e <i>Escherichia coli</i>	32
4.3 Análises físico-químicas.....	33
4.3.1 Umidade.....	33
4.3.2 Atividade de água.....	34
4.3.3 pH.....	34
4.3.4 Teor de sacarose aparente – método da polarização.....	34
4.3.5 Açúcares redutores.....	35
4.3.6 Teor de cinzas condutimétricas.....	35
4.3.7 Cor colorimétrica.....	35
4.4 Análise estatística.....	36
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	37
5.1 Análises microbiológicas	37
5.1.1 Coliformes totais.....	37
5.1.2 <i>Escherichia coli</i>	39

5.1.3 Bactérias mesófilas.....	40
5.1.4 Bolores e leveduras.....	41
5.2 Análises físico-químicas.....	43
5.2.1 Umidade.....	43
5.2.2 Atividade de água.....	48
5.2.3 pH.....	51
5.2.4 Cinzas condutimétricas.....	55
5.2.5 Açúcares redutores.....	57
5.2.6 Polarização.....	62
5.2.7 Cor colorimétrica.....	65
5.3 Análise de componentes principais (PCA).....	68
6 CONCLUSÕES.....	73
REFERÊNCIAS	74

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Valores recomendados por legislações nacionais e padrões internacionais para os parâmetros microbiológicos nos açúcares e dados encontrados na literatura para o açúcar mascavo	24
Tabela 2 - Média dos valores de temperatura e umidade relativa durante o armazenamento de 365 dias.....	30
Tabela 3 - Resultados das análises microbiológicas dos açúcares mascavo armazenados durante 365 dias.....	38
Tabela 4 - Resultados dos testes de médias e desvio padrão dos teores de umidade dos açúcares mascavo armazenados por 365 dias	47
Tabela 5 - Dados obtidos da literatura para umidade em açúcar mascavo	47
Tabela 6 - Resultados dos testes de médias e desvio padrão dos valores da atividade de água (A_w) dos açúcares mascavo armazenados por 365 dias....	50
Tabela 7 - Dados obtidos da literatura acerca da atividade de água para amostras de açúcar mascavo	50
Tabela 8 - Resultados dos testes de médias e desvio padrão dos teores de pH dos açúcares mascavos armazenados por 365 dias	52
Tabela 9 - Dados obtidos da literatura acerca do pH para amostras de açúcar mascavo.....	52
Tabela 10 - Resultados dos testes de médias e desvio padrão dos teores de cinzas condutimétricas dos açúcares mascavo armazenados por 365 dias	55
Tabela 11 - Dados obtidos da literatura acerca do teor de cinzas para amostras de açúcar mascavo	55
Tabela 12 - Resultados dos testes de médias e desvio padrão dos teores de açúcares redutores dos açúcares mascavo armazenados por 365 dias.....	58
Tabela 13 - Dados obtidos da literatura acerca dos açúcares redutores para amostras de açúcar mascavo	58
Tabela 14 - Resultados dos testes de médias e desvio padrão dos teores de polarização dos açúcares mascavo armazenados por 365 dias	62
Tabela 15 - Dados obtidos da literatura acerca da polarização para amostras de açúcar mascavo	62

Tabela 16 - Resultados dos testes de médias e desvio padrão para cor colorimétrica dos açúcares mascavo armazenados por 365 dias	65
Tabela 17 - Correlações entre as variáveis físico-químicas do açúcar mascavo e os dois primeiros componentes principais	71

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Fluxograma qualitativo do processo de produção do açúcar mascavo	28
Figura 2 - Amostras de açúcar mascavo com diferentes teores de umidade...	29
Figura 3 - Análise microbiológica de bolores e leveduras por plaqueamento pour-plate	31
Figura 4 - Análise microbiológica de bactérias besófilas por plaqueamento pour-plate	32
Figura 5 - Análise microbiológica de coliformes totais e Escherichia coli por ..	33
Figura 6 - Gráfico de correlações entre os atributos físico-químicos para as amostras de açúcar mascavo	68

EFEITO DO ARMAZENAMENTO NAS CARACTERÍSTICAS MICROBIOLÓGICAS E FÍSICO-QUÍMICAS DO AÇÚCAR MASCAVO. 2023

Autor: CAROLINA DA SILVA PEREZ

Orientadora: PROF^a. DR^a. MARTA REGINA VERRUMA-BERNARDI

Coorientador: PROF. DR. GILBERTO RODRIGUES LISKA

RESUMO

As características microbiológicas e físico-químicas são fatores determinantes para a qualidade do açúcar mascavo. O objetivo deste estudo foi verificar a influência do armazenamento nas características microbiológicas e físico-químicas do açúcar mascavo. As amostras de açúcares mascavo foram de origem industrial e diferem quanto ao teor de umidade (%): A=1,69; B=1,96; C=2,00; D=4,13 e foram armazenadas durante 365 dias e analisadas a cada três meses. Os parâmetros microbiológicos foram analisados de acordo com sua conformidade com as legislações nacionais e internacionais e os atributos físico-químicos por análise de variância seguidos por teste de média e análises dos componentes principais (PCA). Os parâmetros microbiológicos e físico-químicos avaliados foram respectivamente: Coliformes totais; *Escherichia coli*; bactérias mesófilas; bolores e leveduras; umidade; atividade de água; pH; cinzas condutimétricas; açúcares redutores; *Pol* e cor colorimétrica. Os valores de coliformes totais e *Escherichia coli* estão em conformidade com a legislação brasileira. Apenas uma amostra de bolores e leveduras extrapolou o limite proposto pela legislação nacional vigente de 10^2 UFC/g. Houve crescimento de colônias de bactérias mesófilas em todas as amostras, as quais em determinados períodos de armazenamento não foram satisfatórios, de acordo com a legislação internacional. Durante o armazenamento de 365 dias, houve uma variação aleatória no teor de umidade, houve uma tendência de aumento na atividade de água, nas amostras C e D da cor colorimétrica e um pequeno aumento nos teores de cinzas condutimétricas; o pH apresentaram valores menores em relação ao tempo zero; os açúcares redutores diminuíram; os teores de *Pol* apresentaram baixa polarização. Portanto, é possível verificar que o armazenamento influenciou a maioria das características microbiológicas e físico-químicas, porém como não há valores de referências de padrão de identidade e qualidade para este tipo de açúcar, não é possível afirmar que as variações dos parâmetros avaliados comprometem a qualidade do produto, no entanto, é evidente a eficiência das boas práticas de fabricação durante o processamento da agroindústria e a qualidade da matéria-prima.

Palavras-chave: qualidade, composição química, umidade, atividade de água.

EFFECT OF STORAGE ON THE MICROBIOLOGICAL AND PHYSICAL-CHEMICAL CHARACTERISTICS OF BROWN SUGAR

Author: CAROLINA DA SILVA PEREZ

Adviser: PROF^a. DR^a. MARTA REGINA VERRUMA-BERNARDI

Co-adviser: PROF. DR. GILBERTO RODRIGUES LISKA

ABSTRACT

Microbiological and physicochemical characteristics are determining factors for the quality of raw cane sugar. The objective of this study was to investigate the influence of storage on the microbiological and physicochemical characteristics of brown sugar. The brown sugar samples were of industrial origin and differed in terms of moisture content (%): A=1.69; B=1.96; C=2.00; D=4.13 and particle size, and were stored for 365 days and analyzed every three months. Microbiological parameters were analyzed according to their compliance with national and international regulations, and physicochemical attributes were analyzed using analysis of variance followed by mean test and principal component analysis (PCA). The evaluated microbiological and physicochemical parameters were respectively: total coliforms; *Escherichia coli*; mesophilic bacteria; molds and yeasts; moisture content; water activity (AW); pH; conductimetric ash content; reducing sugars; *Pol*; and colorimetric color. The values of total coliforms and *Escherichia coli* were in compliance with Brazilian legislation. Only one sample of molds and yeasts exceeded the limit proposed by the current national legislation of 102 CFU/g. There was growth of colonies of mesophilic bacteria in all samples, which at certain storage periods were unsatisfactory according to international regulations. During the 365-day storage, there was random variation in moisture content, a tendency of increased water activity in samples C and D, colorimetric color changes, and a slight increase in conductimetric ash content; pH values were lower compared to time zero; reducing sugar levels decreased; *Pol* levels showed low polarization. Therefore, it is possible to observe that storage influenced most of the microbiological and physicochemical characteristics. However, since there are no reference values for identity and quality standards for this type of sugar, it cannot be stated that the variations in the evaluated parameters compromise the quality of the product. Nonetheless, the efficiency of good manufacturing practices during agro-industrial processing and the quality of the raw material are evident.

Keywords: quality, chemical composition, moisture, water activity.

1 INTRODUÇÃO

O consumo do açúcar mascavo cresceu na última década e pode ser uma alternativa para substituir o açúcar refinado. Além disso, tem sido cada vez mais valorizado por se tratar de um produto natural e sem aditivos químicos (ANDRADE MEDEIROS; BORGES, 2018). No processo de refinamento do açúcar refinado a clarificação tem ampla influência na qualidade futura do produto, rendimento e sobre as etapas subsequentes da produção. Durante a etapa de clarificação, usinas sucroalcooleiras e refinarias produtoras de açúcar refinado a partir da cana-de-açúcar além de utilizar os agentes químicos clarificantes (cal hidratada, fosfato, sulfito) fazem o uso também de agentes poliméricos (polímeros catiônicos e aniônicos) (CREMA, 2012)

De acordo com Jeronimo *et al.* (2020), o caldo de cana-de-açúcar é composto por 80% de água e por sólidos solúveis, que são constituídos em 18% pelos açúcares (sacarose, glicose e frutose). Dentre eles, a sacarose é o mais importante para a fabricação do açúcar mascavo, e os demais, em teores variáveis e inferiores, chamados de açúcares redutores e não açúcares orgânicos (proteínas, ceras, ácidos e corantes) e inorgânicos (sílica, potássio, ferro, cálcio etc.) classificados em 1% orgânicos e 1% inorgânicos.

Quanto à composição química do açúcar mascavo, Verruma-Bernardi *et al.* (2007) descreveram que, em relação aos minerais e componentes orgânicos, o açúcar mascavo moído é bem similar ao caldo de cana, enquanto o açúcar centrifugado, o qual passa pelo processo de centrifugação como é o caso do açúcar refinado, possui menos nutrientes em sua composição e maior teor de sacarose, devido ao mel ser separado na centrifugação. Segundo Jeronimo *et al.* (2020), em comparação com o açúcar refinado, o açúcar mascavo possui mais vitaminas e minerais e mantém as características da cana-de-açúcar devido a não ser submetido a processos químicos, portanto apresenta coloração mais escura em relação aos demais açúcares.

As operações para a fabricação do açúcar mascavo são: moagem da cana, limpeza do caldo, cozimento até concentração e obtenção de xarope,

resfriamento, cristalização (bateção), peneiragem e embalagem (JERONIMO *et al.*, 2020).

No entanto, segundo Minguetti (2012), a produção moderna do açúcar resulta do aperfeiçoamento dos métodos antigos, mantendo-se as mesmas técnicas produtivas dos pequenos engenhos, porém, com maior disponibilidade de energia e equipamentos – como moendas movidas a motor elétrico, diesel ou tração animal, tachos de cobre ou de ferro, cochos de madeira para bateção da massa, escumadeiras, peneiras e semelhantes.

Os cristais de açúcar, logo após a sua produção, terão dois destinos: o mercado interno e o mercado externo. Os direcionados ao mercado interno são imediatamente vendidos, já aqueles voltados ao externo ficam ensacados em armazéns (LOPES, 2002). Os locais destinados à armazenagem das usinas açucareiras brasileiras acondicionam o produto até serem vendidos o que pode ocasionar empedramento do açúcar, em função das trocas hídricas com o ar, o que resulta em variação do teor de umidade, alteração de cor, degradação da sacarose etc. (JAMBASSI, 2017; JAY, 2005).

Segundo Jay (2005), durante o armazenamento do açúcar mascavo não deve ocorrer deterioração por atividade microbiológica, desde que devidamente preparado e armazenado. Singh *et al.* (2009) apontaram que na maioria das vezes as condições de armazenamento expõem o produto a microrganismos, que podem até causar efeitos na saúde humana e alterar as características do produto, como cor, textura e sabor.

Existem diversos parâmetros que podem sofrer alterações durante o armazenamento do açúcar mascavo. Estudos mostraram os parâmetros que podem ser alterados devido à má armazenagem: atividade microbiológica, umidade, pH, teor de cinzas, acidez, teor de açúcares e atividade de água (ANDRADE; MEDEIROS; BORGES, 2018; PARAZZI *et al.*, 2009).

Segundo Hussain *et al.* (2008), a umidade do produto deve variar entre 2,0 a 5,5%, uma vez que a alta umidade favorece o desenvolvimento de bolores e leveduras que resultam na deterioração do produto. Generoso *et al.* (2009) afirmaram que a umidade maior que 6% pode resultar na diminuição do tempo de prateleira, devido ao favorecimento ao desenvolvimento de microrganismos.

Nesse cenário, em que as propriedades do açúcar afetam diretamente a qualidade do produto, e essa qualidade se relaciona com o manejo e com o armazenamento, é importante que parâmetros de referência microbiológico ou físico-químico sejam estabelecidos (CECCHI, 2007). Uma vez que a legislação vigente não apresenta parâmetros de qualidade específicos para o açúcar mascavo, os valores tomados por base são determinados para outros tipos de açúcares.

Dessa forma, organizações como a *International Commission on Microbiological Specifications for Foods* (ICMSF) estabelecem parâmetros de aceitação para a qualidade do açúcar comercializado ao redor do mundo. Embora os açúcares não sejam comumente relacionados a problemas de saúde, é recomendado que os níveis de atividade de água sejam inferiores a 0,65, de modo a evitar a proliferação de organismos que possam deteriorar o produto e oferecer riscos à saúde humana (INTERNATIONAL COMMISSION ON MICROBIOLOGICAL SPECIFICATIONS FOR FOODS, 2015).

Em relação à umidade do açúcar, estudos recentes mostraram que é fortemente desejado que seu valor seja inferior a 2,4%, de modo a manter a estabilidade do produto (DELGADO; DELGADO, 1999; VERRUMA-BERNARDI *et al.*, 2007). No entanto, foi visto que tais valores foram extrapolados em diversas amostras analisadas, o que gera a necessidade da padronização dos valores aceitáveis para a umidade (ARAÚJO *et al.*, 2011; GENEROSO *et al.*, 2009; JESUS, 2010; SILVA *et al.*, 2018).

Em relação a outras características como a polarização, por exemplo, a legislação nacional estabelece valores mínimos que devem ser encontrados nas amostras de açúcares. A polarização é medida em uma unidade denominada grau Zucker (°Z), que representa a porcentagem de sacarose presente na amostra em solução. Tal parâmetro é medido por meio da leitura sacarimétrica. De acordo com a Instrução Normativa nº 47, de 30 de agosto de 2018, os valores mínimos de polarização devem variar entre 99,0 e 99,8 °Z para diferentes tipos de açúcares (BRASIL, 2018). No entanto, nenhum deles remete especificamente ao açúcar mascavo.

A mesma Instrução Normativa também traz regulamento para o teor de cinzas presente na amostra de açúcar. Essas cinzas são oriundas do processo de queima da matéria-prima durante a produção e são medidas em termos de porcentagens em relação à quantidade de açúcar analisada. De acordo com essa normativa, as porcentagens de cinzas não devem ultrapassar 0,1, 0,2 e 0,5 para os açúcares cristal, refinado e demerara, respectivamente (BRASIL, 2018). No entanto, espera-se que o teor de cinzas condutimétricas no açúcar mascavo seja maior do que os demais açúcares citados, visto que ele não passa pelo processo de refinamento e mantém os teores de nutrientes, porém é necessário estudos acerca da quantidade desses teores e uma normativa que contenha tais informações atualizadas. Outras características como o pH e a cor, por exemplo, não possuem níveis regulamentados devido à falta de investigações e à dificuldade em estabelecer padrões ótimos para suas medidas, pois existe a influência direta de outros fatores (CASTRO; ANDRADE, 2007).

No que diz respeito às características microbiológicas do açúcar, há normativas estabelecidas pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) que visam, por exemplo, controlar a presença de organismos vivos nas amostras do produto, tais como os coliformes totais e as bactérias mesófilas.

Os coliformes totais são enterobactérias que podem fermentar a lactose e produzir gás, indicando más condições sanitárias. De acordo com a RDC nº 12 de 2 de janeiro de 2001 e a RDC 724 IN61 de 1º de julho de 2022, da ANVISA, os níveis de coliformes totais não devem ultrapassar a marca de 10^2 NMP/g, unidade que representa o Número Mais Provável para cada grama (ANVISA, 2001; 2022b).

Uma vez que os níveis de aceitação desses microrganismos não são estabelecidos na legislação nacional, valores internacionais oriundos da National Canners Association são seguidos como parâmetros. Assim, é recomendado que a presença de bactérias mesófilas seja inferior a 50 unidades de formação de colônias por grama, ou seja, 50 UFC/g (NATIONAL CANNERS ASSOCIATION, 1968).

A carência de informações na literatura sobre o armazenamento e o efeito que ele tem no produto final fomenta a necessidade de pesquisas que busquem

entender o comportamento do açúcar mascavo quando armazenado. Até a presente data não existe uma normativa que defina limites aceitáveis para características físico-químicas e microbiológicas específicas para açúcar mascavo e que guie os pequenos produtores e até mesmo a indústria do açúcar mascavo garantindo que o consumidor receba em sua mesa um produto final seguro e de qualidade. Por isso, é fundamental a elaboração de um protocolo de qualidade e de identidade do açúcar mascavo que mostra valores norteadores de referência, além do mais, tal protocolo vai contribuir para o fortalecimento do setor agrícola resultando na valorização do produtor artesanal e industrial agregando valor ao produto comercializado e atribuindo reconhecimento do comércio exterior da cadeia produtora de açúcar mascavo no Brasil.

2 OBJETIVO

Verificar a influência do armazenamento nas características microbiológicas e físico-químicas do açúcar mascavo.

3 REVISÃO DE LITERATURA

3.1 Cana-de-açúcar

A cana-de-açúcar é uma gramínea da espécie *Saccharum officinarum*, largamente cultivada em vários países ao redor do mundo. Folhas verdes, secas e de caules grandes são características dessa planta, cujas fibras contêm alto teor de umidade, já que ela possui cerca de 57% de água em sua composição (SANTOS *et al.*, 2019). A cana-de-açúcar é nativa das regiões tropicais da Ásia e sua propagação ao redor do mundo ao longo da história envolveu grandes impactos nos interesses econômicos, desde a época da escravidão (VANDENBERGHE *et al.*, 2022).

Apesar de a Índia ter sido um dos primeiros países a fazer uso da cana-de-açúcar com fins lucrativos, o Brasil é o seu principal produtor e exportador. Dentre os produtos originados a partir desse vegetal destacam-se o etanol, a biomassa e diferentes tipos de açúcares, como a sacarose, a frutose e a glicose (BORDONAL *et al.*, 2018).

A alta demanda dos produtos gerados pela cana-de-açúcar fomentou grupos de pesquisa e desenvolvimento tendo a planta como objeto de estudo. Consequentemente, proporcionaram plantações de cana-de-açúcar mais resistentes a doenças, plantas com melhoramento no fluxo de nutrientes e de água em suas fibras, resultando em produtos de maior qualidade (LAKSHMANAN *et al.*, 2005).

As propriedades físico-químicas inerentes à cana-de-açúcar colocam essa planta em uma posição de destaque, devido a sua composição apresentar altos teores de celulose e de material volátil com baixos teores de enxofre, indicando um alto potencial para a fabricação de combustíveis sustentáveis (MIRANDA *et al.*, 2021). Tais características não atraem somente o interesse da indústria alimentícia, mas também das grandes geradoras de energia.

3.2 Produção do açúcar mascavo

No que diz respeito aos diferentes tipos de açúcares originados da cana-de-açúcar, o açúcar cristal, refinado e o açúcar mascavo são os mais comumente comercializados. Dentre eles, o açúcar mascavo recebe destaque por ser considerado, do ponto de vista nutricional, o mais natural e o mais saudável (YANG *et al.*, 2020). Em razão das diferenças envolvidas no seu processo de centrifugação na qual a massa cozida é constituída por duas fases a fase sólida composta de cristais de sacarose e a fase líquida composta por mel ou licor mãe, esse tipo de açúcar pode ser considerado com um teor reduzido de sacarose. Além dessa qualidade nutricional, o açúcar mascavo também pode ser caracterizado pela sua produção, que não envolve os processos de branqueamento, de cristalização e de refino feitos nas demais variedades (TISCHLER *et al.*, 2021).

Uma vez que a busca por benefícios de uma alimentação saudável tem se tornado uma prioridade no estilo de vida de muitas pessoas, cresce a procura por tipos de açúcar que apresentem elementos mais saudáveis em sua composição. Essa busca ajuda a reduzir o ganho excessivo de peso e, dessa forma, a diminuir o risco de doenças relacionadas à alimentação e à obesidade (STRUCK *et al.*, 2014).

Nesse sentido, o açúcar mascavo é visto como uma alternativa promissora, por possuir quantidades mais baixas de sacarose contendo no mínimo 90% de sacarose, em comparação aos demais tipos de açúcar: 99,3% no açúcar cristal; 98,5% no açúcar refinado e 96% no demerara (McGEE, 2010). Apesar de apresentar um valor energético mais baixo do que os tipos cristal e refinado, o açúcar mascavo contém maiores concentrações de minerais como cálcio, magnésio e potássio, fazendo com que sua composição se mantenha semelhante à do caldo extraído da cana-de-açúcar (SALGADO *et al.*, 2022).

As diferentes formas de produção do açúcar mascavo variam entre pequenos grupos de comerciantes, cuja finalidade principal varia entre o consumo próprio e a comercialização do excesso, e grandes indústrias que

possuem infraestrutura e equipamentos adequados para a produção em maiores escalas.

No primeiro caso, geralmente as técnicas de fabricação do produto foram adquiridas de maneira empírica, enquanto, no segundo, as empresas necessitam de legalização de acordo com as condições de produção (ORSOLIN, 2002). Também há equipamentos com mesa lateral e guincho de descarga de cana, esteira condutora, picador, mais de uma moenda movida a motor elétrico ou vapor, caldeiras, aquecedores, evaporadores e decantadores para otimizar a fabricação.

Na produção industrial, a cana-de-açúcar primeiramente chega para a moenda, que pode ser feita com a cana sem qualquer pré-processamento ou cortada em partes. Nessa etapa, o bagaço, que será destinado à adubagem e à produção de energia, é separado do caldo, o qual segue para a obtenção do açúcar. Este, por sua vez, é tratado de maneira química e térmica, para remover as impurezas inerentes aos processos de fabricação. Na sequência, o caldo é transformado em xarope a partir da constante agitação a baixas temperaturas. Por fim, o xarope obtido é resfriado ainda mais, sofrendo cristalização e formando pequenos cristais de açúcar (CHAVES; FERNANDES; SILVA, 2003).

3.3 Qualidade do açúcar mascavo

Por padrão, a qualidade do açúcar mascavo é avaliada com base em características que podem ser divididas em físico-químicas, microbiológicas e sensoriais. Tais características incluem a cor, a umidade, a polarização e o pH, as quais sofrem alterações de acordo com a qualidade da amostra. Esses atributos gerais do açúcar mascavo quantificam a presença de outros componentes na amostra analisada e medem a porcentagem de açúcares presentes (LIMA, 2011).

Segundo Machado (2012), às características mais relacionadas à qualidade do açúcar são os teores de sacarose ou polarização, índice de cor; teor de umidade; teor de cinzas; presença de dextrana (em decorrência de

contaminação microbiológica); teor de ferro e teor de dióxido de enxofre (ocorre em açúcares que utilizam processo de sulfitação).

No entanto, as propriedades sensoriais como aparência, cor, sabor e aroma podem sofrer alterações devido à influência dessas características, o que pode ser notado em altos teores de cinzas que tendem a conferir gosto amargo ou salgado aos derivados de cana-de-açúcar e em teores inadequados de ferro ou enxofre que, no produto final, podem acarretar mudanças no sabor e no aroma (MACHADO, 2012; MINGUETTI, 2012).

Ao estudar a qualidade do açúcar, Jambassi (2017) deu ênfase aos itens de cor ICUMSA (International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis), teor de umidade, açúcares redutores e polarização, considerando-os como principais precursores das reações químicas que podem resultar na diminuição da qualidade do produto durante o armazenamento.

Trabalhos com açúcar mascavo contendo maiores teores de umidade, como 7,4%, por exemplo, apresentaram menor qualidade do produto, alterações na sua textura e no próprio formato dos grânulos. Altos teores de atividade de água em porções de açúcar criam um ambiente favorável para o crescimento de microrganismos que deterioram o produto e que, eventualmente, podem causar algum problema de saúde ao indivíduo que o consumir (VERRUMA-BERNARDI *et al.*, 2010).

De maneira análoga, outros atributos como a cor, a polarização e o pH também remetem a propriedades importantes que impactam na qualidade do açúcar. A polarização é capaz de medir a porcentagem de sacarose presente em uma solução a partir de uma leitura sacarimétrica, que se baseia na geometria das partículas.

De modo geral, as cores das amostras são medidas a partir da passagem de feixes de luz por soluções com concentração conhecida, técnica utilizada pela Comissão Internacional de Métodos Uniformes de Análise do Açúcar - ICUMSA. As amostras mais claras são comumente associadas a melhores qualidades, todavia não existem evidências de que a cor se correlacione com propriedades de conservação (OLIVEIRA; ESQUIAVETO; SILVA JÚNIOR, 2007).

Em relação ao pH, pode-se estabelecer uma relação direta da sua medida com a qualidade da matéria-prima escolhida na hora da extração do caldo e da cristalização. É sabido que as condições do solo onde é feito o plantio da cana-de-açúcar e o estágio cíclico em que a colheita é realizada podem causar efeitos indesejados sobre o pH do produto final. No entanto, ainda é pouco conhecida a influência do tratamento e do manejo da matéria-prima na acidez do açúcar a ser produzido, e os resultados encontrados na literatura ainda permanecem inconclusivos (RÓS, 2019).

Em relação aos microrganismos, eles podem ocasionar alterações benéficas ou prejudiciais desempenhando papéis relevantes nos alimentos, o que resulta na deterioração microbiana do produto. As alterações benéficas podem ocorrer de modo intencional, enquanto nas prejudiciais os atributos sabor, odor, aspecto e textura sofrerão modificações em função das atividades metabólicas dos microrganismos. Além disso há a possibilidade de algumas espécies de microrganismos patogênicos causarem doenças ao homem e aos animais (FRANCO, 2008).

A RDC nº 724 e a Instrução normativa 161, ambas de 1º de julho de 2022, estabelecidas pela ANVISA, discorrem sobre os padrões microbiológicos e suas aplicações aos alimentos, porém, não cita o açúcar mascavo.

Portanto, têm-se como base as categorias específicas de açúcares, edulcorantes e adoçantes de mesa sólido que estabelecem um limite para bolores e leveduras de 10^2 UFC/g, e alimentos a serem consumidos após a adição de líquido sem emprego de calor, cujo limite para *Escherichia coli* também é de 10^2 UFC/g. No entanto, a normativa ainda estabelece que a cada 25 g de produto a *Salmonella* deve estar ausente (ANVISA, 2022c).

Embora a legislação brasileira vigente não preconize limites toleráveis para coliformes totais, muitos estudos ainda se baseiam na RDC nº 47, de 2 de janeiro de 2001, sendo a única normativa que traz algum parâmetro microbiológico para açúcar mascavo, definindo os coliformes a 45 °C como pertencentes ao grupo de coliformes de origem fecal, e os termotolerantes preconizando valores limites de 10^2 Número Mais Provável (NMP)/g, para a categoria “açúcar cristal não refinado, açúcar mascavo e demerara, melado,

melaço e rapadura e similares” (ANVISA, 2001). Algo parecido ocorre com as bactérias mesófilas, cujos limites não constam na legislação brasileira vigente, enquanto os padrões internacionais recomendam valores inferiores a 50 UFC/g no que tange ao açúcar (NATIONAL CANNERS ASSOCIATION, 1968).

A Tabela 1, representa os valores recomendados por legislações nacionais e padrões internacionais para os parâmetros microbiológicos e dados encontrados na literatura acerca desses aspectos no açúcar mascavo.

Tabela 1 - Valores recomendados por legislações nacionais e padrões internacionais para os parâmetros microbiológicos nos açúcares e dados encontrados na literatura para o açúcar mascavo

Am. ¹	Colif. ⁴		E. coli ⁵		Salmonela		Bact. mes. ⁶		Bol. e lev.		Referência
	Min. ²	Máx. ³	Min.	Máx.	Min.	Máx.	Min.	Máx.	Min.	Máx.	
	-	-	-	10 ²	-	Aus.	-	-	-	10 ²	ANVISA (2022)
-	-	-	-	10 ²	-	-	-	-	-	10 ²	ANVISA (2019)
-	-	10 ²	-	-	-	-	-	-	-	-	ANVISA (2001)
-	-	-	-	-	-	Aus.	-	-	-	-	ANVISA (2001)
-	-	-	-	-	-	-	-	50	-	50	National Canners Association (1968)
10	-	Aus.	-	Aus.	-	Aus.	4	37	Aus.	5	Araújo <i>et al.</i> (2011)
31	-	Aus.	-	-	-	Aus.	4	1632,5	0,5	32,5	Generoso <i>et al.</i> (2009)
10	-	<0,3	-	-	-	Aus.	<1	225	<1	49	Jesus (2010)
36	-	Aus.	-	-	-	-	-	-	Aus.	119	Parazzi <i>et al.</i> (2009)
11	-	Aus.	-	-	-	Aus.	-	-	-	-	Rós (2019)
15	-	<0,3	-	-	-	Aus.	<1	72	<1	930	Silva <i>et al.</i> (2018)
10		460	-	-	-	-	-	-	100	62000	Souza <i>et al.</i> (2018)
	3										
9	-	-	-	-	-	-	4	600	Aus.	45	Verruma-Bernardi <i>et al.</i> (2007)

1: Número de amostras; 2: Mínimo; 3: Máximo; 4: Coliformes totais; 5: *Escherichia coli*; 6: Bactérias mesófilas; 7: Bolores e leveduras.

Segundo Jay (2005), a contaminação microbiana resultante do processo produtivo não é o principal problema no açúcar mascavo. É considerada inexistente, pois, no processamento, atinge-se temperaturas superiores às suportadas por grande parte dos microrganismos patógenos, sendo que a maior parte da contaminação do produto ocorre quando o armazenamento é insatisfatório, ou seja, sem controle de temperatura e umidade do ambiente, sem

utilização de uma embalagem adequada que evite a troca hídrica com meio externo favorecendo o aumento da umidade do produto e conseqüentemente o aumento da atividade de água contribuindo para formação de ambiente favorável para crescimento microbiano.

Portanto, para obter um alto nível de qualidade durante todo o processo de produção de açúcar mascavo é necessário fazer um rigoroso controle de diversos itens da especificação do produto, com aplicação direta dos conceitos de Boas Práticas de Fabricação (BPF), Análise de Perigos e Pontos Críticos de Controle (APPCC) etc. (ARAÚJO *et al.*, 2011).

3.4 Estudos sobre o armazenamento do açúcar mascavo

O armazenamento adequado de qualquer tipo de alimento é essencial para a sua preservação, mantendo suas características nutricionais e a sua qualidade sensorial (TOSUN; USTUN, 2003). É conhecido que o armazenamento de alimentos em níveis de temperatura e de umidade inadequados pode, potencialmente, originar reações orgânicas que alteram as propriedades dos elementos que compõem o alimento (JENSEN *et al.*, 2011). Muitas vezes, as reações originadas pelo armazenamento inadequado dos alimentos podem desencadear diferentes tipos de doenças nos indivíduos que os consomem (CHEN; KITTS, 2011).

Na literatura, raras vezes encontram-se estudos e normas que definem parâmetros de qualidade para o armazenamento do açúcar mascavo, causando, muitas vezes, a falta de padronização dos produtos disponíveis para consumo (BETTANI *et al.*, 2014). Por outro lado, há alguns anos, foi mostrado que ocorrem alterações nos níveis de glicose e de frutose de amostras desse produto em decorrência do tempo de armazenamento (ASIKIN *et al.*, 2014).

Além de alterações na cor e no sabor, viu-se que mudanças nos níveis de umidade e de atividade de água também decorrem do armazenamento do açúcar. Essas alterações favorecem o desenvolvimento de microrganismos que contribuem para a deterioração dos componentes elementares do produto, gerando resíduos indesejados. Como consequência desse processo de

deterioração, o alimento perde quantidades significativas de minerais e de vitaminas responsáveis pelo seu valor nutricional e suas funções antioxidantes (JAFFÉ, 2015).

Comercialmente, o açúcar mascavo pode ser armazenado por no máximo dois anos até o seu consumo. Com isso, emerge a necessidade de estudos que busquem avaliar os efeitos de diferentes condições de armazenamento do açúcar mascavo sobre as suas características físico-químicas, visando à melhoria das condições de estoque e o mantimento das propriedades nutricionais deste alimento por mais tempo (MARTINS; JONGEN; Van BOEKEL, 2001).

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Matéria-prima

As amostras de açúcar mascavo utilizadas são da variedade SP80 – 3280 e foram obtidas diretamente da indústria e cedidas para este estudo. Posteriormente foram acondicionadas em embalagens plásticas de polietileno de 250 g, data de fabricação 06/10/21 e data de vencimento 06/10/23, envasadas a uma temperatura de $25^{\circ} < T < 30^{\circ}$. O processo de produção do açúcar mascavo realizado pela indústria a qual as amostras são provenientes é apresentado no fluxograma da Figura 1.

O início dos processos representados no fluxograma ocorre com o recebimento da matéria-prima, que chega em caminhões e é quantificada. Em seguida, a cana-de-açúcar é passada para a mesa alimentadora e levada por uma esteira até os picadores, onde ocorre o desfibramento em pequenos pedaços.

O próximo passo é o *cuchi-cuchi*, em que o material picado passa por peneiras para remover partículas grosseiras a partir de movimentos de rotação do sistema. Posteriormente é feita a calagem, processo no qual o pH é corrigido a partir da aplicação de leite de cal. Com o pH corrigido, o produto passa pela fase de decantação para que mais impurezas decantadas sejam removidas.

Na sequência, o caldo é aquecido a 30-50 °C e é armazenado em tachos, perdendo volume e ganhando densidade até ocorrer a cristalização. Esses cristais são transportados para o batedor, com o movimento de rotação auxiliando na criação de cristais menores, que vão para a secagem em baldes de inox e são resfriados até a temperatura de ensaque.

Nessa etapa, um fluxo de ar quente é incidido sobre o produto para que o excesso de água seja removido. Em seguida, é realizado o empacotamento e a pesagem das amostras que, por sua vez, são armazenadas em sacos plásticos sobre *pallets*.

Ao final do processo, obteve-se quatro amostras (Figura 2), que se diferem quanto a umidade final obtida de acordo com sua secagem sendo

respectivamente: A = 1,69%; B = 1,96%; C = 2,00%; D = 4,13% e granulometria: 4 mm; impalpável; 2mm; 2 mm.

Figura 1 - Fluxograma qualitativo do processo de produção do açúcar mascavo

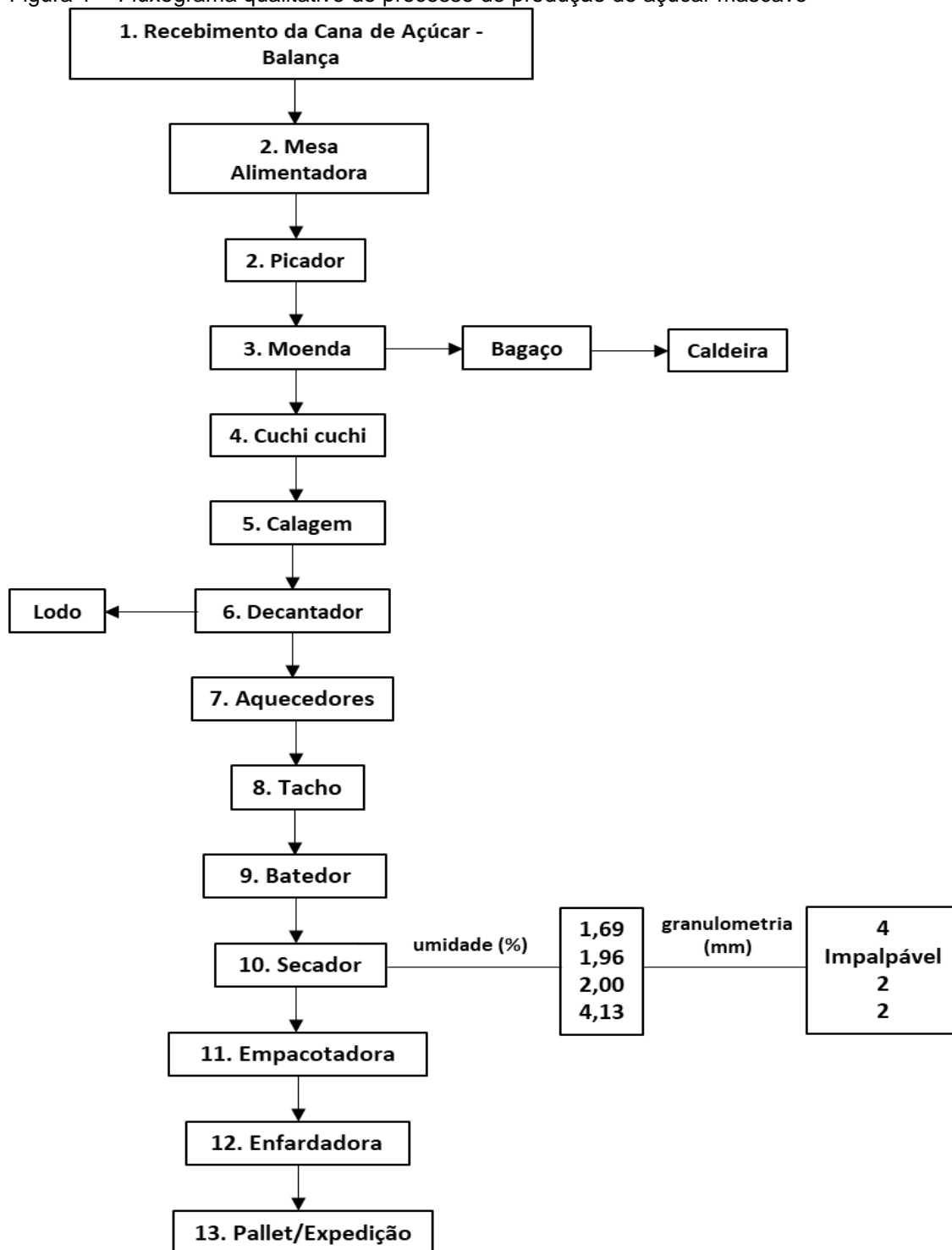
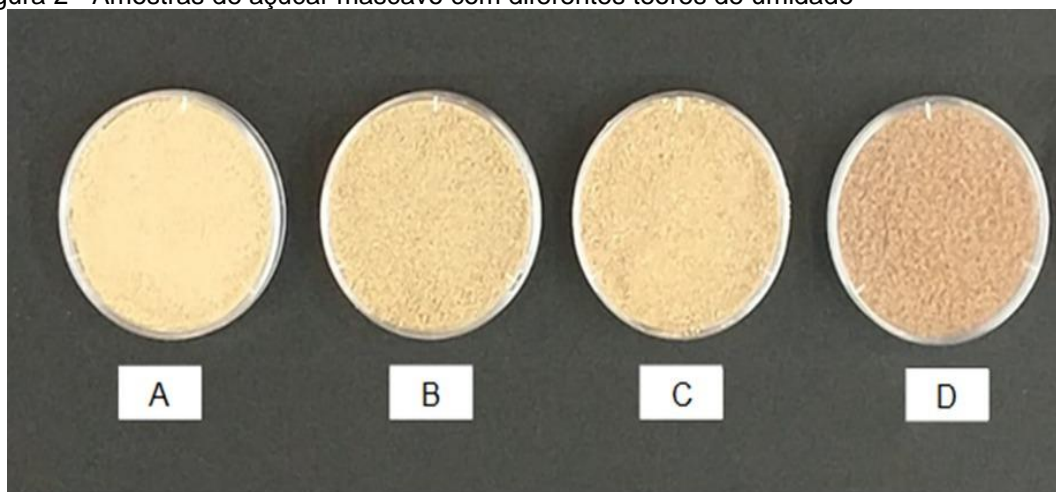


Figura 2 - Amostras de açúcar mascavo com diferentes teores de umidade



A =1,69; B =1,96; C =2,00; D =4,13 de umidade inicial.

Os açúcares mascavos foram armazenados durante 365 dias. As condições de armazenamento se assemelharam às encontradas à venda no supermercado. Foi realizado o controle de temperatura e umidade relativa por um termohigrômetro digital que registrou no início do armazenamento uma temperatura média de 25 °C e umidade relativa média de 55% e ao longo de 365 dias (Tabela 2), sendo que as condições mais adequadas para testes de alimentos (DIAS; JURADO, 2002) são de temperatura de 30 °C e umidade relativa de 40%.

As análises microbiológicas e físico-químicas foram realizadas a cada três meses, em triplicatas verdadeiras. Portanto foi analisado o mascavo de 3 diferentes embalagens de 250 g a cada tempo.

Tabela 2 - Média dos valores de temperatura e umidade relativa durante o armazenamento de 365 dias

Meses/Ano	Média temperatura (°C)	Média Umidade Relativa (%)
Outubro 2021 (início)	25,0	55,0
Novembro 2021		
Dezembro 2021	26,8	54,3
Janeiro 2022		
Fevereiro 2022		
Março 2022	24,5	57,7
Abril 2022		
Maio 2022		
Junho 2022	18,1	50,5
Julho 2022		
Agosto 2022		
Setembro 2022	23,6	50,1
Outubro 2022		

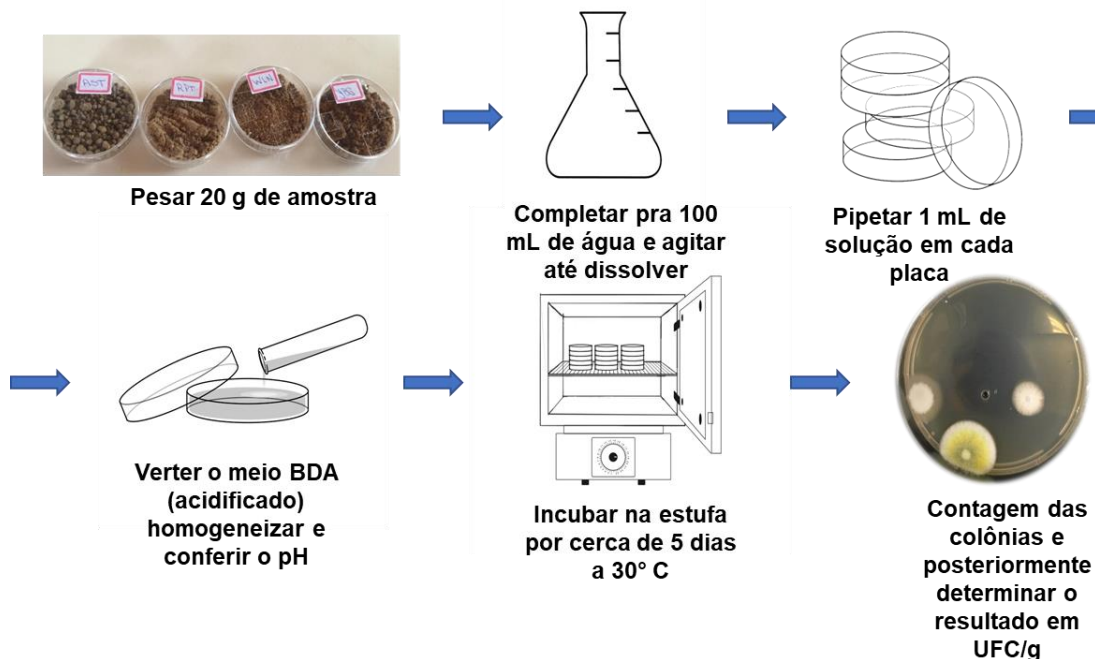
4.2 Análises microbiológicas

4.2.1 Bolores e leveduras

Nesta etapa, foi utilizado o método de plaqueamento por *pour-plate*, segundo Silva *et al.* (2010). Dessa forma, foram pesados 20 g de açúcar, e o volume completado para 100 mL de água destilada estéril, em um frasco Erlenmeyer de 100 mL. Essa solução foi agitada até o material estar completamente dissolvido.

Dessa amostra, transferiu-se 5 mL para placas de Petri, 1 mL por placa, com meio de cultivo de batata dextrose ágar (BDA) acidificado. As amostras foram incubadas por cerca de 5 dias a 30 °C. Em seguida, realizou-se a contagem do número de colônias, e o número total de unidades formadoras de colônias por cada grama (UFC/g) foi obtido pela soma do número de colônias das cinco placas (Figura 3).

Figura 3 - Análise microbiológica de bolores e leveduras por plaqueamento pour-plate

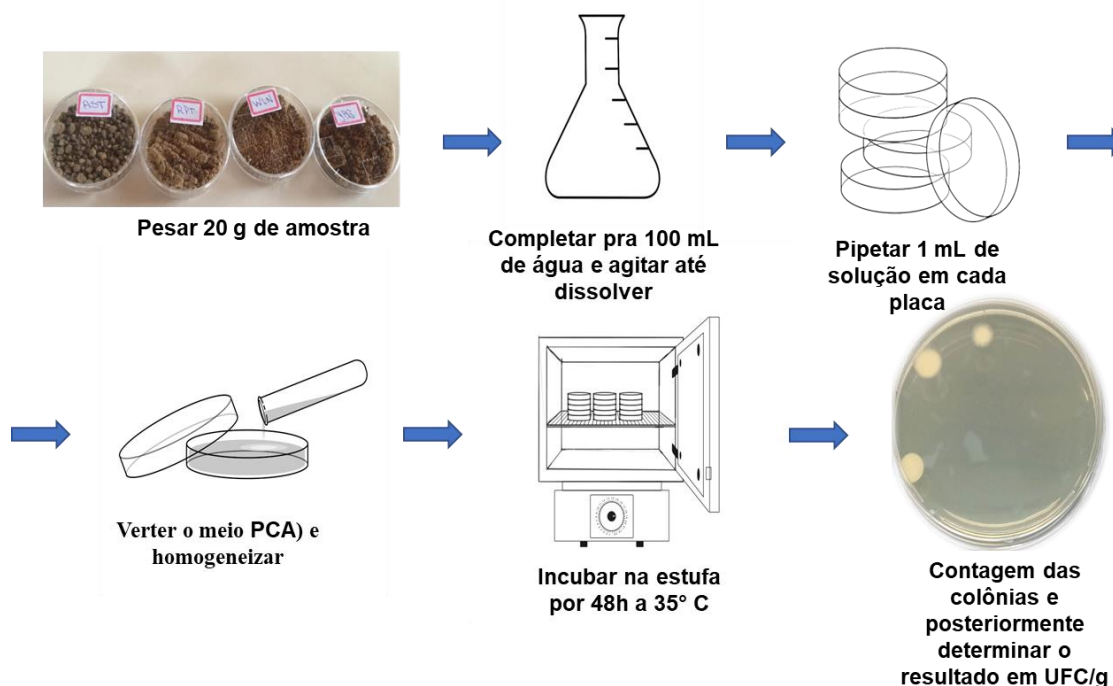


Para preparação do meio BDA acidificado, pós-esterilização em autoclave a 120 °C e à pressão de 1 atm, resfriou-se o meio de cultura em temperatura próxima a 55 °C. Em seguida, adicionou-se uma solução de ácido tartárico 10% esterilizado para reduzir o pH para o intervalo de 3,0-3,5, o qual foi verificado com o auxílio de uma fita medidora de pH. O meio manteve-se em banho-maria a 55 °C até o momento do uso.

4.2.2 Bactérias mesófilas aeróbicas

Para bactérias mesófilas aeróbicas também foi utilizado o plaqueamento por *pour-plate* conforme a metodologia de Silva *et al.* (2010), de acordo com o procedimento descrito no item anterior, porém o meio de cultura utilizado foi o *Plate Count Agar* (PCA) (Figura 4).

Figura 4 - Análise microbiológica de bactérias besófilas por plaqueamento pour-plate

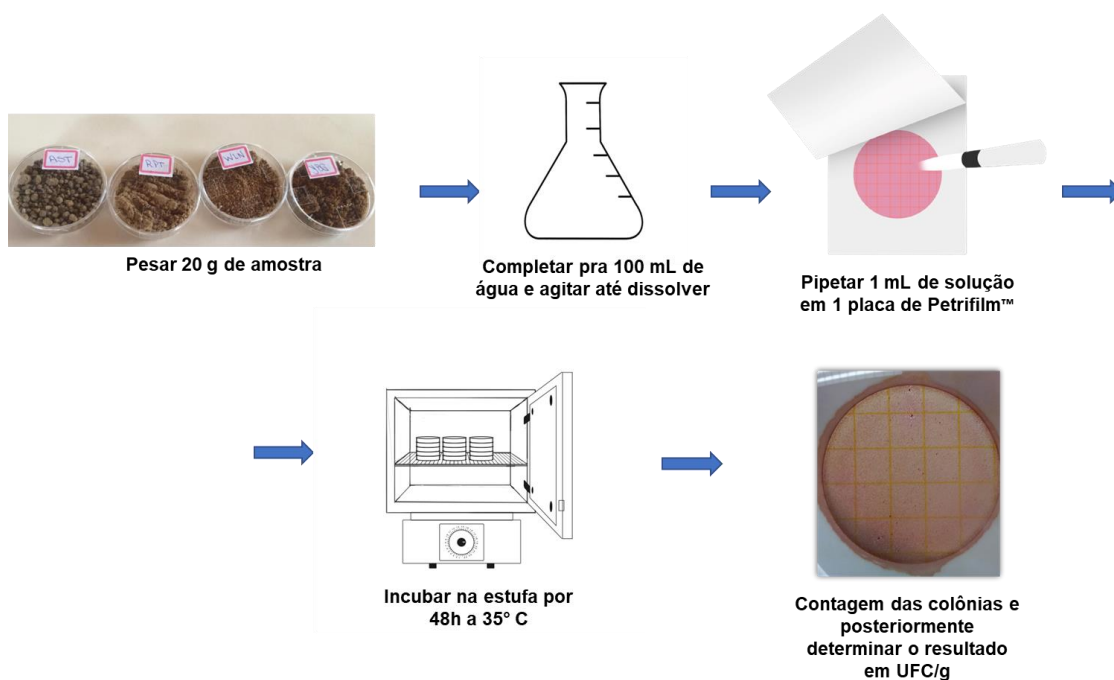


As placas foram incubadas por 48 horas a 35 °C. Em seguida, realizou-se a contagem das colônias totais. Os resultados foram expressos em UFC/g de açúcar.

4.2.3 Coliformes totais e *Escherichia coli*

Para contagem de bactérias do grupo coliformes totais e *Escherichia coli* foram utilizadas as Placas 3M™ Petrifilm™, seguindo as instruções do fabricante (Figura 5). Após incubação das placas a 35 °C por 24 e 48h, colônias azuis e vermelhas com bolhas foram consideradas colônias de *E. coli* e coliformes totais, respectivamente. Semelhante resultado foi obtido pela contagem das colônias e expresso em UFC/g (SILVA *et al.*, 2010).

Figura 5 - Análise microbiológica de coliformes totais e Escherichia coli por



4.3 Análises físico-químicas

4.3.1 Umidade

Para determinação da umidade na amostra, foram utilizadas as recomendações metodológicas descritas em Instituto Adolfo Lutz - IAL (2005), método 012/IV, utilizado para açúcar mascavo, que consiste em pesar aproximadamente 10 g da amostra em cápsula de alumínio, previamente tarada. O resultado foi obtido através da perda de peso por secagem da amostra a 105 °C em uma estufa com circulação de ar.

Cálculo:

$$\frac{100 \times N}{P} = \text{umidade a } 105 \text{ } ^\circ\text{C por cento massa}$$

Onde:

N = nº de gramas de umidade (perda de massa em g)

P = nº de gramas da amostra

4.3.2 Atividade de água

A atividade de água foi analisada conforme a metodologia descrita em Silva (2017), com a utilização de um aparelho da marca Testo, modelo 650. Uma alíquota da amostra foi disposta dentro do aparelho devidamente fechado, sendo que após um tempo para estabilização realizou-se a leitura.

4.3.3 pH

O pH foi determinado utilizando um peagâmetro, previamente calibrado com soluções padrão de pH 4 e 7, conforme a metodologia descrita em IAL (2005), método 017/IV, adaptada para 5 g de amostra diluídos em 100 mL de água destilada, avolumado em balão volumétrico. A medida foi realizada de maneira direta, imergindo o eletrodo do peagâmetro calibrado na solução de sacarose 5%.

4.3.4 Teor de sacarose aparente – método da polarização

A determinação do teor de sacarose aparente foi realizada pelo método de polarização (Pol), preconizada pelo Conselho dos Produtores de Cana-de-Açúcar, Açúcar e Álcool do Estado de São Paulo (2006). Para isso, pesou-se 13 g de amostra, a qual foi transferida quantitativamente para um balão volumétrico de 200 mL objetivando simular um caldo.

Em seguida, realizou-se a clarificação da solução utilizando uma mistura homogênea de CaOH: $AlCl_3$: celite na proporção 1:2:4, sendo adicionados 12 g da mistura clarificante à solução de açúcar mascavo, homogeneizado e filtrado em papel qualitativo. O caldo clarificado foi submetido a leitura em polarímetro automático (marca: Rudolph Research, modelo: AUTPOL I).

4.3.5 Açúcares redutores

Para a determinação dos açúcares redutores foi utilizado o método de Somogyi e Nelson descrito por Zago *et al.* (1996), com adaptações no preparo de amostra para açúcar mascavo. Para essa análise, pesou-se 1 g de amostra, a qual foi transferida quantitativamente para balão volumétrico de 100 mL (1%). Em seis tubos de ensaio, adicionou-se as seguintes soluções:

- Tubos 1 e 2: 0,5 mL de água destilada (prova em branco);
- Tubos 3 e 4: 0,5 mL do padrão de açúcar invertido, 50 µg/mL;
- Tubos 5 e 6: 0,5 mL do diluído no item do preparo da amostra.

Colocou-se 1 mL do reativo de Somogyi em cada tubo, os quais foram submetidos a banho-maria durante 15 minutos. Após esse período, os tubos foram resfriados em água corrente. Adicionou-se em cada tubo 1 mL do reativo de Nelson, completou-se o volume com água destilada para 25 mL homogeneizando. Após 5 minutos de repouso, foi realizada a leitura do padrão e das amostras em espectrofotômetro a 535 nm.

4.3.6 Teor de cinzas condutimétricas

Para determinação do teor de cinzas condutimétricas, foi utilizado o método ICUMSA GSI 1/3/4/7/8-13, conforme descrito pela International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis - ICUMSA (2011). Pesou-se 5 g de amostra, a qual foi transferida quantitativamente para um balão volumétrico de 100 mL.

A medida foi realizada de modo direto, imergindo o eletrodo ($k=1$) do medidor de condutividade previamente calibrado na solução de sacarose.

4.3.7 Cor colorimétrica

Determinou-se a cor espectrométrica segundo fundamentos preconizados por Honig (1969). Pesou-se 1 g de amostra, a qual foi transferida

quantitativamente para balão volumétrico de 100 mL. O pH da solução foi corrigido a pH 7,0 com solução de NaOH 1 M.

Em seguida, a solução foi filtrada em papel qualitativo para retirada de substâncias em suspensão. Verificou-se o teor de sólidos solúveis do filtrado e este foi submetido à leitura em espectrofotômetro a 420 nm, em cubeta de 1 cm. A cor espectrométrica foi verificada a partir do coeficiente de extinção, calculado pela lei de Lambert-Beer.

4.4 Análise estatística

Os resultados das análises microbiológicas obtidos foram comparados com as legislações nacionais e internacionais, respectivamente: RDC nº 12 de 2 de janeiro de 2001 (apesar de não estar vigente muitos estudos utilizam como parâmetros de conformidade devido ser a única que cita valor de referência para coliformes totais no açúcar mascavo); RDC 724 IN61 de 1º de julho de 2022, ambas da ANVISA, e da International Nation Canners Association (1968) de modo a verificar a conformidade ou não da quantificação microbiológica.

Os dados das análises físico-químicas foram submetidos à análise de variância univariada (ANOVA) por meio do software estatístico R (R CORE TEAM, 2020). Para cada variável resposta, considerou-se um Delineamento Inteiramente Casualizado (DIC) em esquema fatorial com dois fatores: umidade e tempo de armazenamento com 3 repetições. Ao ser identificada diferença significativa na análise de variância foi utilizado o teste de Tukey ($p \leq 0,05$). Posteriormente os dados foram submetidos à análise dos componentes principais (PCA) para a discriminação das amostras a partir da interação entre os atributos físico-químicos resultando no agrupamento destes. Para as análises foi utilizado o software estatístico R.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Análises microbiológicas

5.1.1 Coliformes totais

Para os teores de coliformes totais foi utilizada como base a Resolução - RDC nº 12 de 2 de janeiro de 2001 da ANVISA (ANVISA, 2001), que estabelece um limite de 10^2 UFC/g para açúcar cristal não refinado, açúcar mascavo e demerara; melado; melaço e rapadura e similares. Apesar de ter sido revogada é a única que cita açúcar mascavo e elucida valores de referência para coliformes totais. Portanto, para este estudo, todas as amostras são satisfatórias e se encontram dentro dos limites estabelecidos.

Na literatura foram encontrados dados referentes a análises microbiológicas de coliformes totais de amostras de açúcar mascavo que não foram submetidas ao armazenamento, no entanto apresentaram resultados semelhantes ao presente estudo, estando em conformidade com a legislação nacional mencionada. Generoso *et al.* (2009) avaliaram 31 amostras comerciais de açúcar mascavo e nenhuma delas apresentou crescimento de colônias de coliformes totais. O mesmo ocorreu em estudo realizado por Parazzi *et al.* (2009) com 11 amostras coletadas de diferentes produtores que comercializam açúcar mascavo no mercado. Tais análises foram realizadas por um período de 3 anos consecutivos.

Em seu estudo, Jesus (2010) avaliou 10 amostras de açúcar mascavo as quais também expressaram resultados satisfatórios com crescimento inferior a 0,3 NMP/g e estão de acordo com as exigências da legislação brasileira. Rós (2019) avaliou 11 amostras de açúcar mascavo orgânicos e comerciais e não houve crescimento de colônias de coliformes totais em nenhuma delas.

A Tabela 3 mostra a evolução dos coliformes totais ao longo do tempo de armazenamento, indicando que a amostra A (1,69%) apresentou contaminação por coliformes totais aos 0 e 180 dias. No entanto, para a amostra B (1,96%) houve uma redução das colônias de coliformes totais ao longo de 365 dias. Já

na amostra C (2,00%), aos 90 dias, o número de colônias aumentou para 11,7 UFC/g e reduziu aos 180 dias para 1,7 UFC/g, entretanto, aos 365 dias houve um aumento novamente para 8,7 UFC/g. A amostra D (4,13%) somente manifestou contaminação aos 180 dias.

Tabela 3 - Resultados das análises microbiológicas dos açúcares mascavo armazenados durante 365 dias

Açúcares	Tempo (dias)	Coliformes totais	<i>Escherichia coli</i>	Bactérias mesófilas	Bol. e lev.
		(UFC/g)			
A	0	5	0	14,3	10,7
A	90	0	0	52,7	1,3
A	180	5	1,7	43,7	2,3
A	270	0	0	25,7	2,7
A	365	0	0	29,6	0
B	0	8,3	0	445,5	23,7
B	90	0	0	59,7	3,7
B	180	0	0	385	0
B	270	0	0	48,3	3,7
B	365	0	0	15,31	0,6
C	0	0	0	276,7	155,3
C	90	11,7	0	11	65,3
C	180	1,7	0	66	48
C	270	0	0	113,3	10,7
C	365	8,7	2,9	7,9	0,6
D	0	0	0	15,7	5,7
D	90	0	0	27,7	0,3
D	180	5	0	81,3	0
D	270	0	0	42	0,3
D	365	0	0	7,9	0
ANVISA (2001)		10 ² UFC/g	-	-	-
ANVISA (2022)		-	10 ² UFC/g	-	10 ² UFC/g
Nation Canners Association (1968)		-	-	50 UFC/g	50 UFC/g

*Teores de umidade dos açúcares mascavo (%):

0 dias = A =1,69; B =1,96; C =2,00; D =4,13.

90 dias = A =1,70; B =2,04; C =2,02; D =4,38.

180 dias = A =1,70; B =1,86 C =1,97; D =3,98.

270 dias = A =1,76; B =1,90 C =2,09; D =4,06.

365 dias = A =1,77; B =2,19 C =2,31; D =4,22.

Portanto, verificou-se que com o decorrer do armazenamento de 365 dias, apesar de todas as amostras estarem em conformidade com a legislação nacional, houve uma redução no número de colônias nas amostras que

apresentaram crescimento (exceto para amostra C), indicando que o armazenamento pode ter interferido para o declínio das colônias.

Souza *et al.* (2018) relataram que a contaminação por coliformes está relacionada a higiene e sanitização inadequadas durante o processo de envasamento do açúcar e conservação nos estabelecimentos comerciais.

Segundo Araújo *et al.* (2011), a existência de boas práticas de fabricação dos açúcares, garantindo segurança alimentar e baixo risco de deterioração do produto, está diretamente ligada com a ausência de contaminação por coliformes e *Salmonella* bem como o baixo número de bactérias e fungos.

5.1.2 *Escherichia coli*

O limite para padrões microbiológicos estabelecido pela normativa RDC n. 724 IN61 de 1º de julho de 2022 da ANVISA (2022b) que está em vigência, para bolores e leveduras/g e *Escherichia coli*/g é de 10^2 na categoria alimentos a serem consumidos após a adição de líquidos com categoria específica sem emprego de calor. Dessa forma, observou-se que para *Escherichia coli* (Tabela 3) todas as amostras se enquadram com qualidade aceitável, resultado semelhante ao encontrado por Araújo *et al.* (2011) com 10 amostras de açúcar mascavo.

A contaminação de alimentos, na maioria das vezes, está relacionada com a higiene e sanitização indevida no processamento de alimentos, sendo que a presença de coliformes totais e *E. coli* nos alimentos é um indício de contaminação (SILVA; JUNQUEIRA; SILVEIRA, 1997).

Araújo *et al.* (2011) afirmaram em seu estudo que para obter um alto nível de qualidade durante todo o processo de produção de açúcar mascavo é necessário fazer um rigoroso controle de diversos itens da especificação do produto, com aplicação direta dos conceitos de Boas Práticas de Fabricação (BPF) e Análise de Perigos e Pontos Críticos de Controle (APPCC).

De acordo com os dados obtidos, não houve contaminação das amostras por *Escherichia coli* durante o armazenamento, o que está diretamente

relacionado à adoção das boas práticas de fabricação e à não contaminação no manuseio do produto durante o período de armazenamento.

5.1.3 Bactérias mesófilas

A determinação acerca das bactérias mesófilas se baseou no padrão *internacional Nation Canners Association* (1968), o qual estabelece um limite adequado de 50 UFC/g para garantir a qualidade microbiológica do açúcar mascavo. Apesar do valor sugerido pela literatura, para todas as amostras, houve crescimento de colônias de bactérias mesófilas. Sendo assim, verificou-se que a amostra A extrapolou o limite com somente 90 dias de armazenamento; a amostra B apresentou números superiores ao sugerido pela legislação no tempo 0, 90, 180 dias; a amostra C no início da análise, aos 180 e 270 dias; a amostra D somente aos 180 dias de armazenamento, ficando evidente que aos 365 dias de armazenamento nenhuma amostra respeitou o valor limite sugerido (Tabela 3).

Apesar de a legislação brasileira não preconizar valores de padronização para bactérias mesófilas, Parazzi *et al.* (2009) relataram que elevadas contagens de bactérias mesófilas aeróbias é reflexo da insuficiência das condições de higiene do local de produção e do processo de fabricação, contribuindo para a diminuição da vida de prateleira do produto. Tal estudo evidencia a importância dessa análise como parâmetro para estimar a vida útil do açúcar mascavo, considerando sua forma de estocagem.

Segundo Silva (2017), a presença de bactérias mesófilas, que se desenvolvem em condições de temperatura e umidade específicas, em alimentos não perecíveis é indicativo da utilização de matéria-prima contaminada e que valores muito superiores aos exigidos remetem a condições higiênico-sanitárias insatisfatórias.

Em estudos de análises de bactérias mesófilas em açúcar mascavo, Verruma-Bernardi *et al.* (2007) analisaram nove marcas do produto, sendo que destas, três apresentaram valores acima dos limites dos padrões internacionais. Já em estudo de Generoso *et al.* (2009) com 31 amostras analisadas, dez não

se enquadram no limite de 50 UFC/g. Enquanto de dez marcas analisadas por Jesus (2010), quatro não estavam de acordo com os limites internacionais, sendo que alguns lotes dessas marcas excederam os valores limite, indicando condições higiênico-sanitárias insatisfatórias. Por sua vez, Silva (2017) analisou 15 marcas, dentre as quais quatro não estavam em conformidade com os limites internacionais e duas apresentaram valores muito superiores aos exigidos. Singh *et al.* (2009), ao analisarem quatro amostras de açúcar mascavo coletadas em sacos de polietileno estéreis, após 30 dias e 45 dias, obtiveram em seus resultados uma grande variedade nas contagens de microrganismos, sendo a contaminação em decorrência dos cuidados higiênicos durante o processamento e o armazenamento.

Nota-se que houve contaminação em todas as amostras dos estudos consultados, o que pode estar relacionado com a sanitização durante o processamento e a manipulação das amostras durante o armazenamento.

5.1.4 Bolores e leveduras

A normativa IN61 de 1º de julho de 2022 da (ANVISA) estabelece um limite de 10^2 na categoria de açúcares, edulcorantes e similares com categoria específica açúcares, edulcorantes e adoçantes de mesa sólidos para bolores e levedura/g (ANVISA, 2022a). Para os teores de bolores e leveduras, todos os tempos de todas as amostras A (1,69%), B (1,96%), C (2,00%) e D (4,13%) com exceção da amostra C no início do armazenamento (0 dias) estão dentro do limite aceitável ao longo dos 365 dias de armazenamento.

Generoso *et al.* (2009), ao avaliarem 31 marcas de açúcar mascavo, verificaram que todas as amostras estavam satisfatórias com crescimento inferior ao limite estabelecido de 50 UFC/g. No estudo realizado por Jesus (2010), todas as marcas de açúcar mascavo apresentaram contagem de bolores e leveduras dentro do limite proposto pela National Canners Association de 50 UFC/g. O mesmo ocorreu no estudo realizado por Parazzi *et al.* (2009) de amostras de diferentes produtores que comercializam esse tipo de açúcar no

mercado, em que todas as amostras estão de acordo com o padrão máximo fixado em 10^3 UFC/g.

De modo oposto aos estudos anteriores, Souza *et al.* (2018) encontraram contaminação por bolores e leveduras em 84% das amostras de açúcar de coco, mascavo e demerara analisadas em seu estudo, sendo que apenas uma das amostras de açúcar mascavo estava de acordo com as recomendações da ANVISA, com teor de 10^2 UFC/g.

A contaminação por bolores está relacionada diretamente a problemas de armazenamento e conservação, componentes fundamentais para determinar a vida de prateleira, sendo fundamental que a matéria-prima utilizada tenha qualidade sanitária, devido aos fungos se desenvolverem em altas concentrações de açúcar e baixa atividade de água (SOUZA *et al.*, 2018).

A Tabela 3 mostra que a quantidade de colônias de bolores e leveduras diminuiu ao longo do armazenamento para todas as amostras, uma vez que, aos 365 dias de armazenamento, o número de colônia está próximo a 0, enquanto somente uma amostra (amostra C aos 0 dias de armazenamento) não está em conformidade com o padrão estabelecido. O baixo crescimento de colônias e até mesmo a redução ao longo do armazenamento podem estar associados ao fato de as amostras analisadas apresentarem baixo teor de umidade que variaram de 1,69 a 4,62% e baixo teor de atividade de água com variação de 0,44 a 0,63%, estando acima da faixa de risco de crescimento microbiano de 0,60 (somente a amostra D aos 270 e 365 dias de armazenamento). Abaixo desse valor de referência não são considerados valores favoráveis para crescimento microbiano sendo, portanto, o açúcar mascavo considerado um produto estável. Silva e Parazzi (2003) mostraram que elevados teores de umidade em açúcares favorecem o maior crescimento de bolores e leveduras.

Portanto, de acordo com as legislações nacionais e internacionais, as amostras armazenadas durante 365 dias estão aptas ao consumo, uma vez que apresentam valores de coliformes totais e *Escherichia coli* bem abaixo do valor de referência e considerando o fato de que a contaminação por bolores e leveduras diminuíram quando comparadas ao início do armazenamento. No entanto, em relação ao crescimento de bactérias mesófilas, notou-se que houve

uma oscilação na quantidade de colônias ao longo do armazenamento, evidenciando que em determinados períodos do armazenamento esse valor estava bem acima do sugerido, o que não era esperado, visto que a indústria fornecedora da matéria-prima pratica as Boas Práticas (BP) e Boas Práticas de Fabricação (BPF), além do mais, a matéria-prima é de qualidade e todo processo é monitorado.

Tais resultados de crescimento de colônias de bactérias mesófilas acima dos valores sugeridos pela legislação internacional eram esperados na produção artesanal do açúcar mascavo o qual não possui um controle rigoroso de todo processo de fabricação e muito menos condições de higienização satisfatória, visto que a maior parte é produzida para consumo da família e vendem o excedente. Condições de temperatura e umidade do ambiente de estocagem também não explicam esse comportamento atípico da contaminação por bactérias mesófilas, muito menos a baixa umidade do produto e a atividade de água que somente na amostra D estava um pouco acima de 0,60, sendo que abaixo dessa faixa não é um ambiente favorável para crescimento microbiano. Portanto, o comportamento atípico do crescimento bacteriano pode estar relacionado a amostragem durante a condução do estudo, manuseio das amostras e até mesmo durante a própria análise microbiológica das bactérias mesófilas sendo que, para a amostra A e amostra D o armazenamento contribuiu para a redução dessas colônias, o mesmo não foi observado nas amostras B e C.

No entanto, ainda é necessário repetir as análises das amostras por mais um ano de armazenamento, considerando que o tempo no qual o açúcar mascavo se mantém seguro para consumo é de 2 anos.

5.2 Análises físico-químicas

5.2.1 Umidade

Verificou-se comportamento semelhante nos diferentes intervalos de tempo (0, 90 e 180 dias) entre os tratamentos para as amostras A (1,69%), B

(1,96%), C (2,00%) e D (4,13%). Somente as amostras B e C não apresentaram diferença significativa entre si ($p \geq 0,05$), no entanto, ambas diferiram dos açúcares mascavos A e D. Para os intervalos de tempos 270 e 365 dias, todas as amostras (A, B, C e D) diferiram ao nível de significância de 5% entre si.

Apesar de a legislação brasileira vigente não estabelecer valores máximos e mínimos de referência para teores de umidade em açúcar mascavo, Verruma-Bernardi *et al.* (2007) recomendaram valores inferiores a 2,4%, devido à estabilidade do produto, sendo que a umidade é um fator determinante na deterioração do açúcar. Considerando os valores recomendados pela literatura, somente a amostra D extrapolou o valor sugerido em todos os tempos de armazenamento, estando as demais amostras dentro de valores que atribuem estabilidade ao produto.

Verificou-se que a amostra D possui maior umidade (4,38%) em relação às demais e ainda sim está abaixo dos valores sugeridos pelos autores Hussain *et al.* (2008) e Generoso *et al.* (2009), 5,5 e 6,0% de umidade respectivamente, como sendo favoráveis ao desenvolvimento de microrganismos como bolores e leveduras, resultando na deterioração do produto e conseqüentemente na diminuição do tempo de prateleira.

O teor de umidade é um dos principais fatores da qualidade do açúcar mascavo. No estudo realizado por Verruma-Bernardi *et al.* (2007) obtiveram altos teores de umidade no açúcar mascavo (maior que 8%), tais teores elevados causam problemas na estocagem devido ao empedramento do açúcar.

Segundo Jambassi (2017) a causa do empedramento do açúcar está relacionado com a existência de uma película de mel na extensão do cristal por meio da deposição de sacarose nos pontos de contato entre os cristais. Tal película de mel é formada pelo açúcar dissolvido pela umidade superficial do cristal, sendo altamente higroscópica, ou seja, é responsável pelas trocas de hídricas entre os cristais de açúcar e o meio externo, ganhando ou perdendo água. O açúcar por sua vez é altamente higroscópico, e tende a absorver água da atmosfera, sendo que, há várias formas de migração de água para o açúcar, que pode ser devido ao ar está mais seco do que sua umidade relativa de

equilíbrio, quando a temperatura do açúcar está superior à do ambiente (açúcar saindo da secadora); pelo resfriamento do açúcar e pela rápida secagem.

Considerando que as propriedades do açúcar afetam diretamente a qualidade do produto e que essa qualidade se relaciona com o manejo e o armazenamento, é importante que parâmetros de referência sejam bem estabelecidos para essas diferentes propriedades, seja de cunho microbiológico ou físico-químico (CECCHI, 2007).

Apesar de a amostra D estar acima dos limites sugerido por Verruma-Bernardi *et al.* (2007), os quais muitos autores seguiram como referência em seus estudos, é preciso levar em consideração que a procedência da matéria-prima do presente estudo é de qualidade, além de o processamento ter utilizado boas práticas de fabricação e tido um rigoroso controle em todas as etapas, devido à origem ser proveniente de uma indústria que abastece o mercado com açúcares.

É preciso considerar também os resultados obtidos pelas análises microbiológicas, sendo que a amostra D somente aos 180 dias de armazenamento apresentou valores de bactérias mesófilas um pouco acima dos limites sugeridos pela legislação internacional, porém para todas as outras análises ela foi aprovada. Portanto, evidenciou-se nesse estudo que açúcares mascavos podem apresentar umidade acima de 2,4% sem sofrer deterioração do produto por atividade microbiana.

Rós (2019) avaliou e comparou as características química, físico-química, higiênico-sanitária e sensorial de 11 amostras, sendo cinco convencionais e seis orgânicas de açúcar mascavo produzidos pelos sistemas de agricultura convencional e orgânica caracterizadas em relação ao teor de umidade, pH, cinzas calcinadas, cinzas condutimétricas, açúcares redutores, polaridade e cor. E constatou que a umidade nos orgânicos variou entre 3,24% e 0,80%, já nos convencionais obteve-se um valor máximo de 3,23% e mínimo de 1,03%. Utilizou também como parâmetro de comparação o valor sugerido por Verruma-Bernardi *et al.* (2007) foi 2,4% e constatou que apenas duas amostras obtiveram valores acima do sugerido, e afirmou que o percentual obtido para as amostras está próximo da faixa descrita pela literatura, apesar de os resultados revelarem

grande variação no teor de umidade, o que está atrelada a diferenças nas condições do processo de fabricação, principalmente em pequenas empresas de processamento artesanal. O autor afirma que o pH se interliga aos açúcares redutores e umidade que, por sua vez, também influenciam na cor do produto final (RÓS, 2019).

Bettani *et al.* (2014) avaliaram as características físico-químicas e sensoriais de diferentes açúcares: açúcar orgânico cristal, açúcar orgânico demerara, açúcar cristal convencional, açúcar cristal refinado e açúcar mascavo, apontando uma variação entre 0,01 e 2,90% de umidade. Já a amostra de açúcar mascavo orgânico apresentou o maior teor, que foi de 2,90%, acima do previsto por Verruma-Bernardi *et al.* (2007).

Generoso *et al.* (2009) analisaram 33 amostras de açúcar mascavo, que resultaram em valores mínimo de 2,13% e máximo de 6,02%, enquanto Parazzi *et al.* (2009) observaram amostras de açúcar mascavo com valores médios variando entre 2,14 a 3,66%.

Jesus (2010) avaliou 49 amostras, sendo coletadas de diferentes lotes de dez marcas comerciais de açúcar mascavo, e obteve uma variação de 1,94 a 3,63% nos teores de umidade, mostrando que não há padronização entre as marcas. Ainda segundo o autor, nenhuma das marcas analisadas atendeu aos percentuais propostos por Delgado e Delgado (1999), os quais sugerem que a umidade do açúcar mascavo deve ser inferior a 1-1,5% para melhor conservação do produto. O autor ainda menciona que fatores relacionados à umidade, à composição e às condições de armazenamento influenciam na deterioração do açúcar mascavo, pois o aumento da absorção da umidade provoca mudanças na cor do produto, ampliação dos açúcares redutores e diminuição do teor de sacarose.

Tabela 4 - Resultados dos testes de médias e desvio padrão dos teores de umidade dos açúcares mascavo armazenados por 365 dias

Amostra	Umidade (%)									
	Tempo									
	0 dias		90 dias		180 dias		270 dias		365 dias	
A	1,69±0,09	cA	1,70±0,03	cA	1,70±0,03	cA	1,76±0,04	dA	1,77±0,02	dA
B	1,96±0,08	bBC	2,04±0,05	bB	1,86±0,05	bC	1,90±0,03	cC	2,19±0,02	cA
C	2,00±0,09	bBC	2,02±0,02	bBC	1,97±0,01	bC	2,09±0,06	bB	2,31±0,04	bA
D	4,13±0,02	aBC	4,38±0,08	aA	3,98±0,05	aD	4,06±0,06	aCD	4,22±0,02	aB

*Médias seguidas de letras diferentes maiúsculas na linha (tempo) e minúsculas na coluna (tratamento) diferem entre si pelo teste de Tukey com 5% de nível de significância.

0 dias = A =1,69; B =1,96; C =2,00; D =4,13.

90 dias = A =1,70; B =2,04; C =2,02; D =4,38.

180 dias = A =1,70; B =1,86 C =1,97; D =3,98.

270 dias = A =1,76; B =1,90 C =2,09; D =4,06.

365 dias = A =1,77; B =2,19 C =2,31; D =4,22.

Tabela 5 - Dados obtidos da literatura para umidade em açúcar mascavo

Tipo de açúcar	Am. ¹	Umidade (%)		Referência
		Mín. ²	Máx. ³	
Mascavo	1	2,90	-	Bettani <i>et al.</i> (2014)
Mascavo	31	2,13	6,02	Generoso <i>et al.</i> (2009)
Mascavo	9	1,35	4,44	Verruma-Bernardi <i>et al.</i> (2007)
Mascavo	49	1,94	3,63	Jesus (2010)
Mascavo	1	1,40	1,59	Asikin <i>et al.</i> (2014)
Mascavo	11	0,80	3,24	Rós (2019)

¹Número de amostras; ²Mínimo; ³Máximo.

Verificou-se que para a amostra de açúcar A não houve diferenças significativas entre os períodos de 0, 90, 180, 270 e 365 dias de armazenamento. Para a amostra B e C, 0 dias de armazenamento não apresentou diferenças significativas entre os tempos de 90, 180 e 270 dias, no entanto, todos os tempos anteriores diferiram de 365 dias. No entanto, para a amostra B, 180 dias não apresentou diferenças significativas de 270 dias, porém, ambos os tempos anteriores diferiram de 365 dias. Na amostra C, 180 dias diferiu de 270 e 365 dias. Tal fato pode ser explicado devido às condições da embalagem, que pode apresentar microfuros permitindo maior interação com o meio externo, proporcionando a incorporação de água no mascavo, apesar de ser uma variação aleatória.

Ao analisar a amostra D, notou-se que 180 e 270 dias de armazenamento não apresentaram diferenças significativas entre si, mas ambos diferem dos períodos de 0, 90 e 365 dias.

Asikin *et al.* (2014) determinaram as características físico-químicas de amostras de açúcar mascavo monitoradas a cada três meses ao longo de um ano de armazenamento, sendo que o teor de umidade inicial foi de 1,40% e aumentou nos primeiros três meses de armazenamento para 1,50%. Já no segundo estágio, o teor de umidade sofreu uma redução, no entanto, no estágio final novamente houve um aumento significativo para 1,59%. Esses resultados se assemelham ao encontrado no presente estudo.

De acordo com Lopes e Borges (1998), quando o açúcar mascavo batido fica exposto ao tempo com umidade relativa do ar inferior a 70% expressa a capacidade de secar naturalmente, porém se a umidade do ar for superior a 70%, pode ocorrer a umidificação do açúcar. O termo-higrômetro no local do armazenamento registrou uma máxima de 60% de umidade relativa do ar, o que não explica o ganho de umidade dos açúcares, o que sugere que maiores estudos devem ser realizados para verificar essas informações.

Portanto, houve uma pequena variação da umidade ao longo do tempo de armazenamento, que pode ser devido a embalagem que os produtos foram envasadas, o que representa resultados não tendenciosa, mas sim aleatória, como observado para as amostras B, C e D. A amostra A não apresenta umidade estatisticamente diferente ao longo do tempo. Portanto os açúcares mascavos possuem variações entre os valores de umidade ao longo do tempo, porém cada um dentro da sua respectiva grandeza.

5.2.2 Atividade de água

Em relação à atividade de água, verificou-se que para os tempos 0 dias e 180 dias todas as amostras diferiram entre si, evidenciando uma tendência de aumento de atividade de água entre as amostras. Para os tempos 270 e 365 dias as amostras A e B não diferiram entre si, mas apresentaram diferenças significativas ao serem comparadas com a C e a D, no entanto, as amostras C e

D também apresentaram diferenças significativas a nível de 5% entre si. Já para 90 dias, as amostras A, B e C não diferiram entre si, mas todas as anteriores diferiram da amostra D.

Parazzi *et al.* (2009) relataram que por ser um produto com baixa atividade de água, o que impede a proliferação de microrganismos, considera-se o açúcar como um produto alimentício, de modo geral, microbiologicamente estável. Segundo Ribeiro e Seravalli (2007), a determinação da atividade de água confere ao produto estabilidade e segurança microbiológica e, apesar de não fornecer uma estimativa totalmente real, é possível relacioná-la com outras reações de deterioração e a velocidade do crescimento microbiano.

Para ser considerado um alimento estável quanto a qualidade microbiológica, a atividade de água deve estar abaixo de 0,60 (GUIDI; FERREIRA; PEREIRA, 2009). Ainda segundo os autores, para atingir essa condição no açúcar mascavo, a uma temperatura de 25 °C a umidade deve ser menor que 3,9%, uma vez que os microrganismos não apresentam crescimento nessa faixa de atividade de água, apenas sobrevivem.

Os valores médios de atividade de água para as quatro mostras foram inferiores a 0,60, refletindo em pequeno ou nenhum crescimento de microrganismo, exceto para amostra D nos tempos de 270 e 365 dias, representando risco de contaminação por bactérias, fungos e leveduras (BOBBIO; BOBBIO, 1995).

Verificou-se que, aos 0, 90 e 180 dias para os quatro tratamentos, os valores médios de atividade de água se encontram dentro da faixa proposta pela literatura. No entanto, aos 270 e 365 dias de armazenamento, a amostra D extrapolou o valor de referência sugerido pela literatura, sendo que somente a amostra D apresentou umidade superior a 3,9%.

Ao observar cada amostra individualmente ao longo do período de armazenamento, notou-se (Tabela 6) que para a amostra A, 90 dias não diferiu de 180 dias, mas ambos os tempos apresentaram diferenças significativas entre os tempos de 270 dias e 365 dias, os quais, não diferiram entre si, no entanto, todos os tempos anteriores diferiram de 0 dias.

Ao analisar a amostra B e D, que apresentaram comportamento semelhante, percebeu-se que 270 dias não apresentou diferenças significativas entre 365 dias, no entanto, diferiram de 180, 90 e 0 dias. Notou-se também que 0 e 90 dias não diferiram estatisticamente entre si, mas diferem dos demais tempos.

Na amostra C, os tempos de 270 e 365 dias não diferiram entre si, mas diferiram dos tempos de 180, 90 e 0 dias. Já o tempo de 0 dias diferiu de todos os demais tempos (90, 180, 270 e 365 dias).

Tabela 6 - Resultados dos testes de médias e desvio padrão dos valores da atividade de água (Aw) dos açúcares mascavo armazenados por 365 dias

Atividade de água (AW)										
Tempo										
Amostra	0 dias		90 dias		180 dias		270 dias		365 dias	
A	0,49±0,005	cC	0,50±0,001	bB	0,51±0,010	cB	0,54±0,004	bA	0,54±0,003	bA
B	0,50±0,000	bC	0,51±0,003	bC	0,52±0,001	bB	0,54±0,001	bA	0,54±0,002	bA
C	0,44±0,004	dD	0,50±0,002	bB	0,46±0,002	dC	0,52±0,001	cA	0,52±0,002	cA
D	0,57±0,001	aC	0,57±0,008	aC	0,59±0,010	aB	0,63±0,005	aA	0,63±0,004	aA

*Médias seguidas de letras diferentes maiúsculas na linha (tempo) e minúsculas na coluna (tratamento) diferem entre si pelo teste de Tukey com 5% de nível de significância.

0 dias = A =1,69; B =1,96; C =2,00; D =4,13.

90 dias = A =1,70; B =2,04; C =2,02; D =4,38.

180 dias = A =1,70; B =1,86 C =1,97; D =3,98.

270 dias = A =1,76; B =1,90 C =2,09; D =4,06.

365 dias = A =1,77; B =2,19 C =2,31; D =4,22.

Tabela 7 - Dados obtidos da literatura acerca da atividade de água para amostras de açúcar mascavo

Tipo de açúcar	Am. ¹	AW		Referência
		Mín. ²	Máx. ³	
Mascavo	1	0,35	0,41	Asikin <i>et al.</i> (2014)
Mascavo	-	-	0,60	Guidi; Ferreira; Pereira (2009),

¹Número de amostras; ²Mínimo; ³Máximo.

Asikin *et al.* (2014), ao avaliarem a atividade de água em amostras de açúcar mascavo, observaram que houve variações no teor de atividade de água, a qual inicialmente era de 0,35 e atingiu 0,41 após um ano de armazenamento. Portanto, os autores afirmaram em seu estudo que tanto a umidade quanto a atividade de água tendem a aumentar durante o armazenamento e, no que diz respeito à segurança microbiológica do produto, pode-se considerá-lo como

protegido contra deterioração microbiana e oxidativa comum durante esse período de 12 meses.

Neste estudo fica evidente que houve uma tendência de aumento da atividade de água no decorrer do tempo de armazenamento de 365 dias, em função da variação da umidade devido a microfuros na embalagem, em concordância com os resultados obtidos por Asikin *et al.* (2014), o qual já era esperado pelos autores durante o período de um ano de armazenamento do produto. Além disso, as amostras (exceto a D aos 270 e 365 dias) apresentaram teores de atividade de água inferior a 0,60, o que atribui segurança microbiológica ao produto, podendo ser considerado protegido contra deterioração microbiana e oxidativa comum durante esse período.

No entanto, há necessidade de verificação dos valores de atividade de água até o prazo final de validade dos açúcares mascavo, devido a tendência de aumento da atividade de água e conseqüentemente um aumento na mobilidade do substrato, tornando o produto um alvo para microrganismos durante o armazenamento.

5.2.3 pH

A partir dos resultados obtidos nas análises para o pH, pode-se verificar um comportamento semelhante entre as amostras em 0, 180, 270 e 365 dias, sendo que as amostras B e C não diferem ($p \geq 0,05$), porém apresentaram diferenças significativas ($p \leq 0,05$) ao serem comparadas com as amostras A e D. Enquanto aos 90 dias de armazenamento houve diferenças significativas entre todas as amostras.

Generoso *et al.* (2009) avaliaram em seu estudo 31 marcas comerciais de açúcares mascavos, resultando em uma variação entre 5,22 e 7,85. Os autores elucidam que valores de pH superiores a 7,00 pode fazer com que o produto sofra a destruição da sacarose ocasionando o escurecimento do açúcar, dessa forma, interferindo diretamente na cor.

Outros estudos realizaram a análise de pH como o de Minguetti (2012), o qual obteve uma variação no pH entre 5,85 e 6,05 ao analisar amostras de

açúcar mascavo produzidos por sistemas de cultivo de cana-de-açúcar diferentes, e por Bettani *et al.* (2014), que ao avaliarem açúcares orgânicos e convencionais encontraram o valor de pH igual a 6 para amostra de açúcar mascavo.

Na Tabela 8 estão expressos todos os valores de pH durante 365 dias de armazenamento.

Tabela 8 - Resultados dos testes de médias e desvio padrão dos teores de pH dos açúcares mascavos armazenados por 365 dias

Amostra	pH									
	Tempo									
	0 dias		90 dias		180 dias		270 dias		365 dias	
A	7,31±0,01	aA	7,14± 0,01	aB	6,79±0,06	aC	6,85±0,10	aC	6,68±0,015	aD
B	7,06±0,01	bA	6,71± 0,02	cB	6,45±0,03	bC	6,58±0,01	bD	6,37 ±0,02	bE
C	7,00±0,01	bA	6,78 ± 0,01	bB	6,47±0,01	bC	6,63± 0,01	bC	6,42±0,015	bD
D	6,53±0,01	cA	5,96± 0,01	dB	5,62±0,02	cD	5,72±0,01	cC	5,57±0,01	cD

*Médias seguidas de letras diferentes maiúsculas na linha (tempo) e minúsculas na coluna (tratamento) diferem entre si pelo teste de Tukey com 5% de nível de significância.

0 dias = A =1,69; B =1,96; C =2,00; D =4,13.

90 dias = A =1,70; B =2,04; C =2,02; D =4,38.

180 dias = A =1,70; B =1,86 C =1,97; D =3,98.

270 dias = A =1,76; B =1,90 C =2,09; D =4,06.

365 dias = A =1,77; B =2,19 C =2,31; D =4,22.

Tabela 9 - Dados obtidos da literatura acerca do pH para amostras de açúcar mascavo

Tipo de açúcar	Am. ¹	pH		Referência
		Mín. ²	Máx. ³	
Mascavo	28	-	7,20	Silva (2017)
Mascavo	1	-	6,0	Bettani <i>et al.</i> (2014)
Mascavo	15	5,50	8,40	Silva (2017b)
Mascavo	31	5,22	7,85	Generoso <i>et al.</i> (2009)
Mascavo	6	5,87	6,05	Minguetti (2012)
Mascavo	11	6,03	8,21	Rós (2019)
Mascavo	06	5,15	6,0	Andrade, Medeiros e Borges (2018)

¹Número de amostras; ²Mínimo; ³Máximo.

Os resultados da amostra A aos 180 dias e 270 dias não diferiram entre si, mas diferiram entre 0, 90 e 365 dias. Para a amostra B todas as amostras diferiram significativamente entre si. Já nas amostras C os tempos de 180 e 270

dias não diferiram a nível de significância de 5%, mas ambos apresentaram diferenças significativas para os demais períodos (0, 90 e 365 dias), enquanto 0 dias, diferiu de todos os tempos restantes (90,180,270 e 365 dias). Para a amostra D, 180 dias não apresentou diferenças significativas a nível de 5% de significância de 365 dias, no entanto, diferiu de 0, 90 e 270 dias. Sendo que, 0 dias diferiu dos demais tempos (0, 90 e 365 dias).

As amostras de açúcar mascavo tiveram uma variação entre 5,62 e 7,31 e encontram-se em concordância com outros estudos realizados.

Os valores de pH são indicativos de processo de produção, uma vez que o caldo de cana possui pH entre 5,0 e 5,5, então os processos de produção de açúcares mascavos que se valem da calagem, ou seja, adição de cal hidratada para ajuste do pH a 7, podem ser facilmente verificados a partir de uma análise simples do pH.

De acordo com Lopes e Borges (2004) *apud* Silva (2012), essa variação está relacionada à adição de cal na fabricação, para o qual não há um valor máximo e mínimo especificado. Segundo Mijuca, Guerra e Soto (2008), a variação de pH se justifica pela variedade de matéria-prima e outras variáveis de difícil controle como: condições climáticas de cultivo, desenvolvimento, ponto de maturação entre outras, as quais têm influência direta no valor do pH do produto final, sendo que no presente estudo variou somente a secagem e a granulometria do produto.

Assim, observa-se que todas as amostras tiveram o pH do caldo ajustado. As amostras A, B e C possuem pH próximo ao neutro (7,0), já a amostra D apesar de ter o pH ajustado, está ainda é ácida.

Caldas (2012) avaliou os parâmetros físico-químicos de qualidade e precursores de escurecimento dos açúcares cristal e refinado durante quatro meses de armazenamento e encontrou valores médios de pH de 6,70 e 6,60, respectivamente. O fato de o pH do açúcar cristal ser um pouco mais básico do que o do açúcar refinado, segundo o autor, deve-se à sulfitação que atribui sulfito ao produto, aplicado normalmente para tratamento do suco. Em seguida, realiza-se a calagem que neutraliza o meio e leva à formação de sulfito de cálcio, um

sal insolúvel que absorve impurezas e compostos coloridos do suco, formando flocos que serão decantados.

Andrade, Porto e Spoto (2008) avaliaram a qualidade do caldo extraído de toletes de cana-de-açúcar minimamente processada, armazenados durante 24 dias sob três diferentes temperaturas: ambiente (22 a 25 °C), utilizada como controle, refrigeração (4 °C) e congelamento (-20 °C). Foram avaliadas a qualidade físico-química do caldo e a sua composição microbiológica em intervalos de seis dias. Verificou-se que houve uma redução do pH do caldo de cana-de-açúcar em todos os tratamentos ao longo do armazenamento. Segundo o autor, isso está diretamente relacionado com o aumento da acidez titulável principalmente quando se consideram os toletes sob temperatura ambiente (controle), nos quais foram registrados níveis de acidez significativamente mais elevados quando comparado aos demais tratamentos a partir do 6º dia de armazenamento. Outro fator observado logo no início do armazenamento, e que contribuiu para o declínio do pH no caldo de cana dos toletes que foram armazenados sob temperatura ambiente, foi a proliferação de bolores e leveduras. Devido a sua intensa proliferação, colaborou para a ocorrência do processo fermentativo e a produção de ácidos orgânicos, ocasionando aumento excessivo da acidez e queda do pH do interior das células.

Segundo Forsythe (2013), a atividade microbiana pode ocasionar mudanças bruscas no pH de um alimento, sendo que, inicialmente, esse alimento pode possuir um pH inicial que impeça a multiplicação bacteriana, porém pode ocorrer a alteração desse pH pelo metabolismo de outros microrganismos como mofo e leveduras, possibilitando a multiplicação de bactérias.

Portanto, percebe-se que nesse estudo os valores de pH aos 365 dias de armazenamento são menores em relação ao tempo zero, fato que pode ser explicado pela presença e atividade dos microrganismos contidos nas amostras.

5.2.4 Cinzas condutimétricas

De acordo com os resultados apresentados na Tabela 10, ao analisar individualmente cada intervalo de tempo durante o armazenamento de 365 dias, notou-se que as 4 amostras apresentaram diferenças significativas ($p \leq 0,05$) entre si. Além disso, foi observada uma relação diretamente proporcional entre o teor de cinzas condutimétricas e o teor de umidade, indicando que o aumento nos teores de umidade resultou em um aumento significativo nos teores de cinzas condutimétricas.

Tabela 10 - Resultados dos testes de médias e desvio padrão dos teores de cinzas condutimétricas dos açúcares mascavo armazenados por 365 dias

Amostra	Cinzas condutimétricas (%)									
	Tempo									
	0 dias		90 dias		180 dias		270 dias		365 dias	
A	1,46±0,01	dA	1,44±0,03	dAB	1,50±0,04	dA	1,36±0,01	dB	1,52±0,02	dA
B	1,95±0,01	cB	1,95±0,03	cB	1,92±0,12	cB	1,76±0,03	cC	2,15±0,02	cA
C	3,24±0,06	bA	3,06±0,01	bB	3,20±0,03	bA	2,80±0,01	bC	3,28±0,03	bA
D	3,38±0,04	aB	3,26±0,03	aC	3,40±0,03	aB	3,02±0,015	aD	3,54±0,01	aA

*Médias seguidas de letras diferentes maiúsculas na linha (tempo) e minúsculas na coluna (tratamento) diferem entre si pelo teste de Tukey com 5% de nível de significância.

A =1,69; B =1,96; C =2,00; D =4,13% de umidade inicial.

0 dias = A =1,69; B =1,96; C =2,00; D =4,13.

90 dias = A =1,70; B =2,04; C =2,02; D =4,38.

180 dias = A =1,70; B =1,86 C =1,97; D =3,98.

270 dias = A =1,76; B =1,90 C =2,09; D =4,06.

365 dias = A =1,77; B =2,19 C =2,31; D =4,22.

Tabela 11 - Dados obtidos da literatura acerca do teor de cinzas para amostras de açúcar mascavo

Tipo de açúcar	Am. ¹	Cinzas (%)		Referência
		Mín. ²	Máx. ³	
Mascavo	1	-	1,35	Bettani <i>et al.</i> (2014)
Mascavo	10	0,7	1,4	Araújo <i>et al.</i> (2011)
Mascavo	31	1,15	3,45	Generoso <i>et al.</i> (2009)
Mascavo	9	1,21	5,88	Verruma-Bernardi <i>et al.</i> (2007)
Mascavo	3	1,11	1,64	Andrade, Medeiros e Borges (2018)
Mascavo	11	0,88	6,31	Rós (2019)
Mascavo	6	3,75	4,35	Minguetti (2012)

¹Número de amostras; ²Mínimo; ³Máximo.

De acordo com Lopes e Borges (2004) *apud* Silva (2012), para se ter um açúcar de qualidade, é fundamental escolher uma variedade que apresenta

baixo teor de cinzas no caldo, pois, além de contribuir para cristalização, valores elevados de cinzas conferem alto teor de potássio, o que atribuiu um sabor desagradável ao produto. Ainda, segundo os autores, com intuito de garantir a qualidade do açúcar mascavo, o valor de cinzas condutimétricas não deve ser superior a 2,2%.

Generoso *et al.* (2009) ao analisarem 31 amostras de açúcar mascavo comerciais encontraram uma variação de 1,15 a 3,45% no teor de cinzas condutimétricas no açúcar mascavo, sendo que, somente 3 amostras apresentaram valores acima do sugerido pela literatura, portanto, aproximadamente 90% das amostras encontram-se em conformidade.

Araújo *et al.* (2011), ao analisarem 10 amostras de açúcar mascavo, encontraram uma variação de 0,7 a 1,4%. Enquanto Bettani *et al.* (2014) obtiveram em açúcar mascavo orgânico 1,35%.

No presente estudo, houve uma variação entre 1,36 e 3,54% e as amostras C e D não estão em conformidade com o valor de referência. De certa forma, percebe – se uma ampla variação nos teores de cinzas condutimétricas das amostras nos estudos citados, o que pode ser explicado pela diferença varietal, pelas condições edafoclimáticas e pela condução da cultura da cana-de-açúcar utilizada, no entanto, se faz necessário uma padronização desses valores a fim de garantir a qualidade físico-química do açúcar mascavo.

Minguetti (2012) relatou que caldos de cana-de-açúcar que apresentam valores elevados de cinzas condutimétricas podem aferir gosto amargo ou salgado aos seus derivados.

Ao analisar cada amostra durante o armazenamento, nota-se que para a amostra A, o tempo de 90 dias não diferiu o nível de significância de 5% dos tempos de 0, 180, 270 e 365 dias. No entanto, os períodos de 0, 180 e 365 dias não diferem entre si, mas apresentaram diferenças significativas ao serem comparados com o período de 270 dias. Já para a amostra B, aos 0, 90 e 180 dias, não diferiram entre si, mas diferiram estatisticamente dos 270 e 365 dias que, por sua vez, apresentaram diferenças significativas entre si. No entanto, para a amostra C, os tempos de 0, 180 e 365 dias não apresentaram diferenças significativas entre si, porém diferiram dos tempos de 90 e 270 dias, os quais ao

serem comparados também diferiram entre si a nível de 5% de significância. Por fim, para a amostra D, os tempos de 0 e 180 dias não diferiram entre si, mas ambos apresentaram diferenças significativas em comparação aos tempos de 90, 270 e 365 dias.

Andrade, Medeiros e Borges (2018) avaliaram características físico-químicas do açúcar mascavo adicionado de açúcar bruto de alta polarização e constataram que os resultados de cinzas condutimétricas estavam em conformidade com o sugerido por Lopes e Borges (2004) *apud* Silva (2012). Segundo os autores, na literatura há uma grande variação entre os teores de cinzas condutimétricas, o que pode estar relacionado a diferença varietal, edafoclimáticas e pelo manejo da cana-de-açúcar utilizada.

Nesse estudo, percebe-se que, de modo geral, houve um pequeno aumento no teor de cinzas condutimétricas ao longo do armazenamento de 365 dias, o que pode estar relacionado ao tipo de variedade, as condições edafoclimáticas e pela condução da cultura da cana-de-açúcar utilizada.

5.2.5 Açúcares redutores

Os açúcares redutores (AR) presentes nos açúcares mascavos, são aqueles oriundos do caldo da cana, sendo estes os monossacarídeos glicose e frutose. Geralmente estão em concentração próxima de 0,8% (RIPOLI; RIPOLI, 2004) na cana-de-açúcar, e quando o caldo de cana é concentrado para produção de açúcar mascavo, espera-se um valor de 4 a 5 vezes maior, portanto de 3 a 4% de AR.

Os resultados dos teores de açúcares redutores estão expressos na Tabela 12.

Tabela 12 - Resultados dos testes de médias e desvio padrão dos teores de açúcares redutores dos açúcares mascavo armazenados por 365 dias

Açúcares redutores (%)										
Amostra	Tempo									
	0 dias		90 dias		180 dias		270 dias		365 dias	
A	6,49±0,73	cA	3,82±0,23	cD	4,97±0,79	cB	4,35±0,42	cC	5,35±1,28	cB
B	5,91±0,18	cA	3,58±0,03	cD	4,53±0,24	cB	3,89±0,15	cC	5,23±0,32	cB
C	6,84± 0,25	bA	4,02± 0,04	bD	5,82±0,39	bB	5,3±0,07	bC	6,03±0,37	bB
D	8,13± 0,71	aA	4,59± 0,08	aD	6,31±0,08	aB	5,37±0,16	aC	6,57±0,24	aB

*Médias seguidas de letras diferentes maiúsculas na linha (tempo) e minúsculas na coluna (tratamento) diferem entre si pelo teste de Tukey com 5% de nível de significância.

0 dias = A =1,69; B =1,96; C =2,00; D =4,13.

90 dias = A =1,70; B =2,04; C =2,02; D =4,38.

180 dias = A =1,70; B =1,86 C =1,97; D =3,98.

270 dias = A =1,76; B =1,90 C =2,09; D =4,06.

365 dias = A =1,77; B =2,19 C =2,31; D =4,22.

Tabela 13 - Dados obtidos da literatura acerca dos açúcares redutores para amostras de açúcar mascavo

Tipo de açúcar	Am. ¹	AR (%)		Referência
		Mín. ²	Máx. ³	
Mascavo	1	-	5,6	Bettani <i>et al.</i> (2014)
Mascavo		-	2,4	Lopes e Borges (2004)
Mascavo	10	2,8	7,20	Araújo <i>et al.</i> (2011)
Mascavo	31	1,17	8,51	Generoso <i>et al.</i> (2009)
Mascavo	9	1,43	5,88	Verruma-Bernardi <i>et al.</i> (2007)
Mascavo	3	1,11	1,64	Andrade, Medeiros e Borges (2018)
Mascavo	11	3,09	7,91	Rós (2019)
Mascavo	6	0,75	1,17	Minguetti (2012)

¹Número de amostras; ²Mínimo; ³Máximo.

A partir deles é possível verificar um comportamento semelhante entre os tratamentos ao decorrer dos 365 dias de armazenamento. Notou-se que a amostra A não diferiu da amostra B, no entanto ambas diferiram das C e D, nas quais, apresentaram diferenças entre si ao serem comparadas. Também é perceptível uma relação de proporcionalidade entre açúcares redutores e umidade em que, com o aumento desta, aumentou os teores de açúcares redutores. Isso está relacionado ao fato de os açúcares redutores serem higroscópicos, o que dificulta a remoção de água no produto (MINGUETTI, 2012).

Segundo Cadavid (2007), quando ocorrem altas concentrações de açúcares redutores, elevados teores de umidade e baixo teor de sacarose no

açúcar mascavo, o produto está mais propenso a sofrer alterações na qualidade. Mujica, Guerra e Soto (2008) afirmaram que a variedade da cana-de-açúcar no açúcar mascavo é um fator determinante e que pode influenciar a qualidade do produto final em relação aos teores de açúcares redutores, pH e cor.

A legislação brasileira não define valores mínimos e máximos para açúcares redutores, por isso, os resultados foram comparados com o sugerido por Lopes e Borges (2004) *apud* Silva (2012). Segundo os autores, o teor de açúcares redutores deve estar abaixo de 2,4%, já que teores elevados podem dificultar o alcance do ponto de cristalização da sacarose, atribuindo ao produto um aspecto úmido com tendência de empedrar, o que conseqüentemente pode ser considerado um problema tecnológico de rendimento para a agroindústria e prejuízos ao produtor.

Percebeu-se que nesse trabalho há uma variação ampla entre 3,58 a 8,13%, sendo que nenhuma amostra se enquadra no limite proposto pelos autores. Araújo *et al.* (2011), ao avaliarem 10 amostras de açúcar mascavo, obtiveram uma variação de açúcares redutores entre 2,8 e 7,2%, contudo nenhuma amostra apresentou valores adequados de acordo com o sugerido por Lopes e Borges (2004) *apud* Silva (2012). Os autores relatam também que outros estudos, como o de Verruma-Bernardi *et al.* (2007) e de Generoso *et al.* (2009), encontraram valores de açúcares redutores respectivamente de 1,43 e 6,59% e 1,17 e 8,51%, constando que há valores elevados para teores de açúcares redutores e tal fato pode ser evitado utilizando cana madura fresca e pela aplicação da cal, que promove a neutralização do caldo.

De acordo com Lopes e Borges (2004) *apud* Silva (2012), há duas formas de se obter açúcares redutores podendo ser originários da própria cana-de-açúcar, que quando não completamente madura possui teores superiores a 1%, ou no processo de fabricação do açúcar, em que a sacarose sofre reação de inversão em meio ácido (pH menor que 7,0) resultando em açúcares redutores: glicose e frutose.

Devido ao processamento, o caldo é submetido a altas temperaturas, o que ocasiona elevados valores de açúcares redutores, dificultando a obtenção do ponto final de cozimento para cristalização da sacarose, atribuindo ao produto

final aspecto úmido, com tendência a melar ou empedrar ou ainda podendo causar a perda deste ponto e prejuízos ao produtor. Para evitar que isso ocorra, deve-se fazer a aplicação da cal para neutralizar o caldo e escolher variedades de cana madura e fresca.

Rós (2019) analisou açúcares redutores em açúcar mascavo convencional com variação entre 3,09 e 7,91% e orgânico com variação de 3,10 a 7,64%, sendo que poucas amostras atenderam a relação direta de proporcionalidade entre o teor de umidade e açúcares redutores. Segundo a autora, tal fato pode estar relacionado com a forma com que cada açúcar mascavo foi processado além do binômio tempo e temperatura, que pode alterar essa característica.

Bettani *et al.* (2014) encontraram dados que variaram entre 0,05 e 5,6% de açúcares redutores em amostras de açúcares orgânicos e convencionais. No entanto, Generoso *et al.* (2009), ao analisar 31 amostras de açúcar mascavo, observaram uma variação entre 1,17 a 8,51%. Araújo *et al.* (2011), ao estudar 10 amostras de açúcar mascavo, obtiveram uma variação entre 2,8 e 7,2% e nenhuma amostra estava de acordo com o sugerido por Lopes e Borges (2004) *apud* Silva (2012). Estudos realizados por Verruma-Bernardi *et al.* (2007), ao analisar 9 marcas de açúcar mascavo, também obtiveram uma ampla variação de 1,43 a 6,59% nos teores de açúcares redutores.

Ao analisar individualmente as amostras adotando como referência o tempo de armazenamento (Tabela 12), verificou-se que todas as amostras em relação ao tempo tiveram um comportamento semelhante, sendo que, aos 180 e 365 dias não apresentaram diferenças significativas entre si, porém, ambos diferiram dos demais tempos de 0, 90 e 270 dias. Verificou-se, também, que há diferenças significativas entre os tempos 0, 90, 180 e 270 dias. Aos 90 dias houve uma redução nos teores, aos 180 dias esse valor sofreu uma elevação novamente, aos 270 dias houve uma nova redução e aos 365 dias de armazenamento os teores de açúcares redutores aumentaram.

Rocha *et al.* (2014) ao estudarem os fatores que afetam a formação de cor ICUMSA, durante o armazenamento de açúcar cristal branco em temperatura controlada de 30 °C, 40 °C e 50 °C, por 6, 12 e 24 horas, tendo como principais

fatores que afetam a qualidade do produto final durante o armazenamento a temperatura, umidade relativa, luz e tempo, realizaram a análise de açúcares redutores. Os autores afirmaram que houve um progressivo aumento nos teores de açúcares redutores conforme a temperatura e a umidade relativa do recipiente se elevaram, fato que contribuiu para o processo de inversão da sacarose em glicose e frutose, evidenciando que se deve evitar alta umidade relativa e temperatura no galpão de armazenamento para preservar a qualidade do produto final.

Jambassi (2017) avaliou a alteração de amostras de açúcar cristal branco tipo 1, açúcar refinado amorfo e açúcar VHP quanto a cor ICUMSA, umidade, açúcares redutores, sacarose e contagem de bactérias mesófilas e de bolores bem como leveduras, de modo a observar a alteração desses fatores durante um período de armazenamento sob condições de temperatura de 30, 40 e 50 °C e umidade relativa do ar de 50, 60, 70 e 80%. Esses parâmetros foram medidos a cada sete dias durante 70 dias de armazenamento, utilizando a técnica de espectroscopia Raman. Para todas as amostras, houve um aumento no teor de açúcares redutores durante o armazenamento.

Mendonça; Rodrigues e Zambiasi (2000) elaboraram geleias de maçã utilizando 20, 35, 50 e 65% de açúcar mascavo em relação à quantidade de polpa. Após verificar a preferência dos consumidores, as geleias preferidas foram elaboradas e determinadas as características microbiológicas, físicas e químicas logo após o processamento, aos 30, 60 e 90 dias de estocagem. Para as geleias de 35, 50 e 65% de açúcar mascavo os teores de açúcares redutores permaneceram constantes durante toda a estocagem de 90 dias.

No entanto, verifica-se que os teores de açúcares redutores do presente estudo diminuem no tempo de 365 dias quando comparado ao tempo zero, fato que pode ser explicado pela ação dos microrganismos que metabolizam mais facilmente os monossacarídeos (glicose e frutose) do que o dissacarídeo (sacarose) e também pode estar relacionado com fatores climáticos como temperatura, umidade relativa e luz no local do armazenamento.

5.2.6 Pol

Para os resultados da *Pol*, verificou-se que há semelhança no comportamento das amostras nos períodos de 0, 90, 180 e 270 dias, ou seja, A e B não diferiram significativamente entre si, mas apresentaram diferença relevante ($p \leq 0,05$) de C e D, as quais também diferiram estatisticamente ao serem comparadas (Tabela 14).

Tabela 14 - Resultados dos testes de médias e desvio padrão dos teores de polarização dos açúcares mascavo armazenados por 365 dias

Amostra	<i>Pol</i>									
	Tempo									
	0 dias		90 dias		180 dias		270 dias		365 dias	
A	85,64±2,70	aB	86,56±0,23	aAB	86,35±0,20	aAB	86,55±0,24	aAB	87,79±0,30	aA
B	84,31±0,84	aA	85,8±0,21	aA	86,23±0,26	aA	85,49±0,68	aA	85,23±0,96	bA
C	81,36±1,01	bB	83,28±0,26	bA	83,31±0,06	bA	83,04±0,20	bAB	83,39±0,20	cA
D	75,14±1,04	cB	80,6±0,11	cA	80,39±0,18	cA	79,79±0,23	cA	80,27±0,96	dA

*Médias seguidas de letras diferentes maiúsculas na linha (tempo) e minúsculas na coluna (tratamento) diferem entre si pelo teste de Tukey com 5% de nível de significância.

0 dias = A =1,69; B =1,96; C =2,00; D =4,13.

90 dias = A =1,70; B =2,04; C =2,02; D =4,38.

180 dias = A =1,70; B =1,86 C =1,97; D =3,98.

270 dias = A =1,76; B =1,90 C =2,09; D =4,06.

365 dias = A =1,77; B =2,19 C =2,31; D =4,22.

Tabela 15 - Dados obtidos da literatura acerca da polarização para amostras de açúcar mascavo

Tipo de açúcar	Am. ¹	<i>Pol</i>		Referência
		Mín. ²	Máx. ³	
Mascavo	1	85,9	-	Bettani <i>et al.</i> (2014)
Mascavo	10	84,5	93,3	Araújo <i>et al.</i> (2011)
Mascavo	31	74,9	96,9	Generoso <i>et al.</i> (2009)
Mascavo	9	81,2	93,2	Verruma-Bernardi <i>et al.</i> (2007)
Mascavo	3	71,1	84,5	Andrade, Medeiros e Borges (2018)
Mascavo	11	80,19	92,95	Rós (2019)
Mascavo	6	81,6	84,5	Minguetti (2012)

¹Número de amostras; ²Mínimo; ³Máximo.

No entanto, um comportamento isolado foi observado para as amostras aos 365 dias de armazenamento, quando todas as amostras apresentaram diferenças. Assim, *Pol* expressou a proporcionalidade inversa em relação à

umidade, em que, ao aumentar a umidade entre as amostras, reduz-se os teores de *Pol*.

Segundo Rós (2019), a polarização é a porcentagem em massa de sacarose aparente determinada pelo desvio da luz polarizada ao atravessar a solução açucarada. De acordo com a International Sugar Scale, as rotações ópticas na escala são designadas como graus sacarimétricos ($^{\circ}\text{S}$) ou graus *Zucker* ($^{\circ}\text{Z}$), que correspondem ao percentual de sacarose e, ainda, como desvio polarimétrico ($[\alpha]_{\text{D20}}^{\circ}\text{C}$).

Anvisa (2005) define açúcar como sendo a sacarose obtida a partir do caldo de cana-de-açúcar (*Saccharum officinarum* L.) ou de beterraba (*Beta alba* L.), além dos monos e dissacarídeos de diversas granulometrias e formas de apresentação. Porém, essa legislação revoga a Resolução CNNPA nº 12, de 1978, que até o momento era a única a estabelecer o teor de sacarose (*Pol*) como único parâmetro para avaliação do açúcar mascavo exigindo valor mínimo de 90% ou 90 $^{\circ}\text{S}$ (BRASIL, 1978), e atualmente está em vigor a RDC 724 IN 61 de 1 $^{\circ}$ de julho de 2022, ambas da ANVISA (2022b) a qual não traz nenhum parâmetro para açúcar mascavo.

No entanto, vários estudos ainda utilizam esse parâmetro de 90% ou 90 $^{\circ}\text{S}$ como referência, pois a legislação vigente carece de informações e parâmetros para avaliação da qualidade do açúcar mascavo, uma vez que *Pol* é um dos atributos principais para essa determinação. Portanto, este estudo utilizou como parâmetro comparativo o valor mínimo de 90% ou 90 $^{\circ}\text{S}$.

Verificou-se que os valores de *Pol* variaram entre 75,14 e 87,79 $^{\circ}\text{S}$, sendo que nenhuma das amostras atingiu o valor mínimo estabelecido, estando em proximidade numérica a amostra A, portanto apresentam-se com baixa polarização. Também é possível observar que em menores teores de umidade, obteve-se maiores teores de *Pol*. Resultado semelhante ao apresentado no estudo de Bettani *et al.* (2014), que encontrou o valor de 85,9 $^{\circ}\text{Z}$ para açúcar mascavo, sendo considerado, pela autora, com baixa polarização (baixa pureza), alta umidade e elevada concentração de nutrientes, deixando-o suscetível ao crescimento de microrganismos.

Araújo *et al.* (2011) obtiveram para o mesmo produto variação de 84,5 a 93,3 °Z. Todavia, para Generoso *et al.* (2009) os resultados de polarização de 31 amostras de açúcar mascavo analisados tiveram uma variação de 74,89 a 96,93 °S, mas apenas sete se apresentaram dentro do padrão estabelecido pela legislação brasileira.

Verruma-Bernardi *et al.* (2007), analisando *Pol* em nove amostras de açúcar mascavo, obtiveram uma variação de 81,2 a 93,1 °S, entretanto, apenas duas amostras apresentaram teores acima de 90%.

Analisando os dados em estudos realizados na literatura é notório que há uma variação considerável nos teores de polaridade e que a maior parte se encontra abaixo do teor previsto pela legislação. Fomenta a necessidade de uma legislação atualizada que contenha parâmetros, não somente para *Pol*, mas também para todos os principais componentes para que novas pesquisas possam se embasar a fim de obter resultados mais precisos.

Referente ao tempo de armazenamento, para a amostra A não houve diferenças significativas em 90, 180 e 270 dias, do mesmo modo que os três tempos anteriores não diferiram de 0 e 365 dias, no entanto, ambos apresentaram diferenças significativas entre si.

Na amostra B, para todos os períodos não houve diferenças significativas entre eles, diferentemente da amostra C em que o tempo 270 dias não diferiu de 0, 90, 180 e 365 dias que, entretanto, nitidamente 0 dias diferiu de 365 dias.

Já para a amostra D, os tempos de 90, 180, 270 e 365 dias não apresentaram diferenças significativas entre si, entretanto, diferiram do tempo de 0 dias.

Caldas (2012) avaliou os parâmetros físico-químicos de qualidade e precursores de escurecimento dos açúcares cristal e refinado durante quatro meses de armazenamento e encontrou valores de 99,82 °Z para açúcar cristal e 99,90 °Z para açúcar refinado. O autor atribuiu o fato de o açúcar refinado apresentar maiores teores de *Pol* ao processo de refino, o qual aumenta sua pureza.

Kochergin (2010) monitorou o armazenamento em armazéns de usinas de açúcares VHP (*Pol* muito alta) e VLC (cor muito baixa) no período de 9 a 10

meses, avaliando se as especificações do açúcar permaneceram constantes da época de moagem ao armazenamento. Constatou-se que houve uma redução na polarização do açúcar e na pureza aparente em todas as amostras.

De modo geral, percebe-se que para o parâmetro *Pol*, a única amostra em que os teores se mantiveram constantes foi a amostra B. Nas demais amostras (A, C e D) houve um aumento significativo do tempo de 0 para 90 dias. Apesar do saldo final aos 365 dias de armazenamento se aproximar do valor estabelecido pela legislação revogada de no mínimo 90 °S ou 90% de polarização, nenhuma amostra em nenhum tempo atingiu esse valor de referência, sendo, portanto, considerado um produto de baixa polarização e isso pode estar atrelado ao fato de o açúcar mascavo não passar pelo processo de refinamento.

5.2.7 Cor colorimétrica

A Tabela 16 apresenta os resultados obtidos para cor colorimétrica durante 365 dias de armazenamento.

Tabela 16 - Resultados dos testes de médias e desvio padrão para cor colorimétrica dos açúcares mascavo armazenados por 365 dias

Cor colorimétrica										
Tempo										
Amostra	0 dias		90 dias		180 dias		270 dias		365 dias	
A	13704±28	dA	16619± 89	cA	16555±48	cA	16667±18	dA	16370±12	dA
B	20481±61	cA	20697± 21	cA	19656±21	cA	22126±23	cA	22970±91	cA
C	27019±13	bC	29909± 11	bBC	31430±26	bABC	32933±13	bAB	36244±249	bA
D	37111±59	aD	45285± 16	aC	51448±26	aB	58656±37	aA	61489±53	aA

*Médias seguidas de letras diferentes maiúsculas na linha (tempo) e minúsculas na coluna (tratamento) diferem entre si pelo teste de Tukey com 5% de nível de significância.

0 dias = A =1,69; B =1,96; C =2,00; D =4,13.

90 dias = A =1,70; B =2,04; C =2,02; D =4,38.

180 dias = A =1,70; B =1,86 C =1,97; D =3,98.

270 dias = A =1,76; B =1,90 C =2,09; D =4,06.

365 dias = A =1,77; B =2,19 C =2,31; D =4,22.

Verificou-se que entre os tratamentos, aos 0, 270 e 365 dias todas as quatro amostras diferiram entre si ($p \leq 0,05$). Para os resultados de 90 e 180 dias,

as amostras A e B não diferiram entre si, mas ao serem comparadas com C e D, verificou-se que houve estatisticamente diferenças significativas, as quais também se diferem. É possível observar que a cor colorimétrica variou em função da umidade entre as amostras.

A umidade afeta diretamente a qualidade do produto, sendo capaz de alterar alguns atributos sensoriais como a aparência. Devido à cor ser uma das características mais visíveis, é possível observar a relação direta de umidade e cor. Lopes e Borges (1998) enfatizam que há duas origens para a cor do açúcar, a primeira é proveniente dos constituintes do caldo, em que a variedade de cana-de-açúcar e o local em que ela é plantada podem resultar em caldos ricos em polifenóis ou aminoácidos os quais atribuem cor ao açúcar. Já na segunda, o processamento pode desenvolver a cor do açúcar porque durante o processamento podem se formar as melanoidinas, materiais coloridos. Fatores como temperatura e cozimentos são determinantes para determinação da cor do produto, pois em altas temperaturas e longo tempo de cozimento provocam a formação de caramelos que, além de escurecerem o açúcar, alteram o sabor do produto (DELGADO; DELGADO, 1999; LOPES; BORGES, 1998).

Outros autores falaram sobre a causa do escurecimento do açúcar. De acordo com Kort (1978), as reações não enzimáticas como a caramelização e a reação de *Maillard* formam as melanoidinas, que são responsáveis pela acentuação da cor escura nos alimentos.

Ao longo do armazenamento de 365 dias, as amostras A e B não diferiram entre si ($p \leq 0,05$), indicando que mantiveram a cor durante o armazenamento. Para a amostra C, o tempo de 180 dias não apresentou diferenças significativas em relação aos períodos de 0, 90, 270 e 365 dias, no entanto, o tempo de 0 dias diferiu de 270 e 365 dias, indicando que houve um aumento significativo na cor a partir de 90 dias. Enquanto para a amostra D, entre os tempos de 270 e 365 dias não houve diferenças estatisticamente significativas, mas ambos diferiram a nível de 5% de significância em relação ao de 0, 90 e 180 dias de armazenamento, apontando que o aumento da cor ocorreu aos 90 dias e após isso permaneceu constante.

Durante o armazenamento, a modificação da cor do açúcar está relacionada ao processo de degradação da sacarose (JAMBASSI, 2017). Segundo Pinto (2015), durante o armazenamento, também pode ocorrer alterações químicas e microbiológicas afetando o sabor, a cor e a textura dos alimentos em decorrência da oxidação lipídica, escurecimento enzimático e degradação de pigmentos.

De acordo com os estudos de Generoso *et al.* (2009), o açúcar mascavo tende a escurecer durante o tempo de armazenamento com o progresso da reação de *Maillard*.

A legislação brasileira vigente não define valores mínimos e máximos para cor no açúcar mascavo, porém esse é um atributo sensorial que pode ocasionar a aceitação ou rejeição dos alimentos. Pigmentos fenólicos e flavonoides podem ficar retidos no açúcar mascavo, o que lhe atribui coloração marrom em decorrência da falta de processos de remoção de melaço durante a produção do produto (ASIKIN *et al.*, 2014).

Outro fator importante que interfere na coloração do açúcar mascavo, segundo Lopes e Borges (1998), é o uso excessivo de cal com elevação do pH a valores superiores a 7, em que o produto pode sofrer a destruição da sacarose e conseqüente escurecimento. As amostras que apresentaram pH acima de 7 são a amostra A no tempo 0 e 90 dias, a amostra B e C somente no tempo 0 e a amostra D em todos os tempos e teores abaixo do pH estipulado.

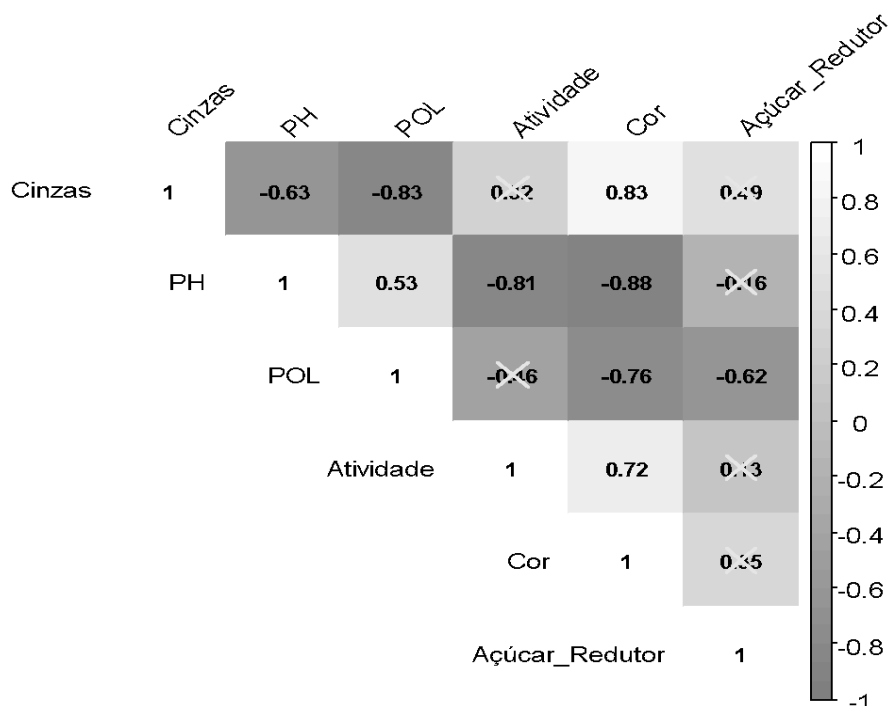
No entanto, os resultados obtidos neste estudo não estão de acordo com Lopes e Borges (1998), afinal as amostras A e B mantiveram a cor constante ao longo do armazenamento. Porém as amostras C e D tiveram um escurecimento significativo na cor a partir dos 90 dias de armazenamento, o que nitidamente não tem relação com o pH, mas pode estar relacionado ao processo de degradação da sacarose, alterações químicas e microbiológicas, afetando o sabor, a cor e a textura do alimento, em decorrência das reações enzimáticas e não enzimáticas.

5.3 Análise de componentes principais (PCA)

Os parâmetros físico-químicos avaliados correspondem à atividade de água, pH, cinzas condutimétricas, açúcares redutores, *Pol* e cor colorimétrica, sendo utilizados os mesmos dados contidos nos tópicos anteriores, respectivamente: 5.2.2; 5.2.3; 5.2.4; 5.2.5; 5.2.6 e 5.2.7.

Foi calculado o coeficiente de variação de Pearson, que possui uma variação entre -1 e 1 para todas as variáveis, sendo que, quanto mais próximo desses números, mais forte é a correlação entre elas. De acordo com a Figura 6, as correlações positivas entre duas variáveis indicaram uma relação direta entre elas, no entanto, as correlações negativas indicaram relações inversamente proporcionais entre as variáveis e em alguns casos ocorreu uma correlação estatisticamente nula em valores relativamente baixos expressando pouca interação entre as variáveis.

Figura 6 - Gráfico de correlações entre os atributos físico-químicos para as amostras de açúcar mascavo



Houve uma correlação inversamente proporcional entre cinzas condutimétricas e pH, ou seja, amostras que possuem altos teores de cinzas

condutimétricas apresentaram pH mais baixo. Segundo Lopes e Borges (2004) *apud* Silva (2012), o valor de cinzas condutimétricas não deve ser superior a 2,2%, porque para se ter um produto de qualidade, é fundamental escolher uma variedade com baixo teor de cinzas no caldo, pois valores elevados de cinzas conferem alto teor de potássio o que atribui um sabor desagradável ao produto. Portanto, as amostras C (2,00%) e D (4,13%) extrapolaram o valor de referência proposto pela literatura durante todo o período de armazenamento de 365 dias e apresentaram em relação às demais amostras (A e B) teores de pH mais baixo.

No entanto, verificou-se que cinzas condutimétricas estão mais fortemente correlacionadas de modo inversamente proporcional com a *Pol* do que com o pH. Tal comportamento também foi manifestado nas amostras C (2,00%) e D (4,13%). Quanto à correlação entre cinzas condutimétricas e atividade de água ser nula, o mesmo foi observado na correlação entre cinzas condutimétricas e açúcar redutor. Houve correlação direta entre cinzas condutimétricas e cor colorimétrica, sendo que amostras com teores de cinzas condutimétricas maiores são mais escuras. De acordo com Lopes e Borges (1998), uma das origens da cor no açúcar são os constituintes do caldo, que sofre influência da variedade de cana-de-açúcar e do local em que ela é plantada, que podem resultar em caldos ricos em polifenóis ou aminoácidos, os quais atribuem cor no açúcar. Essa forte correlação pode estar atrelada ao fato de o teor de cinzas condutimétricas também depender da variedade da cana-de-açúcar. Essa confirmação é observada na amostra D (4,13%), a qual apresenta maiores teores de cinzas condutimétricas e é a mais escura.

A variável pH expressou correlação direta com a *Pol*, indicando que amostras com pH mais elevado possuem maiores teores de *Pol*, notório nas amostras A (1,69%) e B (1,96%).

É possível verificar uma correlação inversamente proporcional entre pH e atividade de água, segundo Martins *et al.* (2011) esses parâmetros e a composição química do alimento são fatores que determinam o tipo de deterioração microbiana no produto. Cada microrganismo possui uma faixa ideal de pH para seu desenvolvimento, no entanto, apesar de quase todas as amostras estarem próximas da neutralidade, que é ótima para a multiplicação da

maioria dos microrganismos, a atividade de água se manteve abaixo de 0,60 (exceto a amostra D – 4,13% – no período de armazenamento de 270 e 365 dias), sendo que nessa faixa não há crescimento de microrganismos. Porém, todas as quatro amostras foram aprovadas nas análises microbiológicas realizadas, sendo o açúcar mascavo considerado um produto estável.

Da mesma forma, foi observada a mesma correlação entre pH e cor colorimétrica indicando que amostras com baixo pH têm coloração mais escura, característica evidenciada na amostra D (4,13%), que em todos os tempos de armazenamento manteve seu pH abaixo de 7. Lopes e Borges (1998) relataram que o uso excessivo de cal interfere na coloração do açúcar mascavo devido à elevação do pH a valores superiores a 7 em que o produto pode sofrer a destruição da sacarose e conseqüentemente acarretar o seu escurecimento.

Os resultados da *Pol* tiveram correlação nula com a variável atividade de água. A mesma correlação foi observada entre atividade de água e açúcar redutor e entre cor colorimétrica e açúcar redutor.

No entanto, a *Pol* apresentou correlação inversamente proporcional entre cor colorimétrica e açúcar redutor, sendo a correlação entre a *Pol* e cor colorimétrica mais forte. A coloração do açúcar mascavo está atrelada ao fato de o produto não passar pelo processo de refinamento. Segundo Silva (2017), apesar de existirem poucos dados na literatura definindo valores aceitáveis para nutrientes no açúcar e seu impacto no produto final. Matos (2018) atribuiu a presença de maiores teores de vitaminas e minerais no açúcar mascavo ao fato de o produto não passar pelo refinamento.

Além do mais, segundo Jeronimo *et al.* (2020), em comparação com o açúcar refinado, o açúcar mascavo possui mais vitaminas e minerais e mantém as características da cana-de-açúcar devido a não ser submetido a processos químicos, portanto apresenta coloração mais escura em relação aos demais açúcares. Nesse estudo, nenhuma amostra atingiu o mínimo de polarização estipulado pela legislação de 90% ou 90°S, sendo o açúcar mascavo considerado de baixa polarização.

Por fim, a correlação entre atividade de água e cor colorimétrica é direta, portanto, amostras com maiores teores de atividade de água apresentam teores

elevados de cor colorimétrica, o que podemos observar nas amostras C (2%) e D (4,13%). Pinto (2015) elucida que durante o período de armazenamento podem ocorrer alterações químicas e microbiológicas afetando o sabor, a cor e a textura do alimento em decorrência a oxidação lipídica, escurecimento enzimático e degradação de pigmentos. A atividade microbiana está diretamente relacionada à atividade de água, cujo aumento pode acarretar o escurecimento do açúcar.

Ao ser realizada a análise dos componentes principais, as correlações próximas de 1, entre as variáveis e a componente principal, indicaram relação positiva (diretamente proporcional) e as correlações próximas de -1, entre a variável e componente principal, indicaram relação negativa (inversamente proporcional), como pode ser visto na Tabela 17.

Tabela 17 - Correlações entre as variáveis físico-químicas do açúcar mascavo e os dois primeiros componentes principais

Variáveis	PCI	PC2
Cinzas	0,8615	0,2833
pH	-0,8550	0,4415
<i>Pol</i>	-0,8659	-0,3472
Atividade de água	0,7247	-0,5478
Cor	0,9609	-0,1466
Açúcar redutor	0,5201	0,7125
Proporção da Variação	65,7%	20,41%
Total	86,12%	

*Variáveis em negrito e itálico indicam grupos de variáveis a serem formados.

Os dois primeiros componentes principais explicaram 86,12% da variabilidade das respostas. Considerando a PC1 (componente principal 1), os parâmetros cinzas, pH, *Pol*, atividade de água e cor colorimétrica são altamente correlacionados com PCI, enquanto o açúcar redutor apresenta baixa correlação, considerando correlações superiores a 70% (-70%). Segundo Hinkle, Wiersma e Jurs (2003), as variáveis com correlação superior a 0,7 ou menores que -0,7 são consideradas altamente correlacionadas e expressam baixa correlação em 0,3 e 0,5 (-0,3 e -0,5). Para essa componente, amostras de açúcar mascavo com altos valores de cinzas condutimétricas, atividade de água e cor colorimétrica apresentam menores valores de pH e *Pol*, o que pode ser observado na amostra D (4,17%).

Por outra via, a PC2 (componente principal 2) está altamente correlacionada com o açúcar redutor, e os demais parâmetros expressaram correlação baixa com esse componente. Outrossim, o açúcar redutor não apresentou uma relação evidenciada com os parâmetros, atuando de modo independente nas amostras.

6 CONCLUSÕES

As análises microbiológicas realizadas no período de 365 dias de armazenamento mostraram que todas as amostras estão aptas para consumo, de acordo com as legislações vigentes nacionais e internacionais, respectivamente: RDC nº 12 de 2 de janeiro de 2001 e RDC nº 724; IN 61 de 1º de julho de 2022 da ANVISA e a International National Canners Association (1968). Isso por apresentarem valores de coliformes totais e *Escherichia coli* bem abaixo do valor de referência e considerando o fato de que a contaminação por bactérias mesófilas, bolores e leveduras terem diminuído quando comparadas ao início do armazenamento, resultado das boas práticas de fabricação e cuidados no manuseio do produto.

Foi possível verificar que o armazenamento de 365 dias influenciou a maioria das características físico-químicas do açúcar mascavo, porém, como não há valores de referência de padrão de identidade e qualidade para este tipo de açúcar, não é possível afirmar que as variações dos parâmetros avaliados comprometem a qualidade do produto, no entanto, é evidente a eficiência das boas práticas de fabricação durante o processamento da agroindústria e a qualidade da matéria-prima.

Por meio desse estudo e em resposta às análises microbiológicas e físico-químicas realizadas nessas amostras, é possível verificar que o açúcar mascavo, está apto para consumo e pode ser armazenado em condições de temperatura e umidade que se assemelham às aquelas encontradas na exposição à venda no supermercado em período de um ano. No entanto, sugere-se a necessidade das mesmas análises por pelo menos mais um ano.

REFERÊNCIAS

ANVISA - AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. Instrução normativa n. 60, de 23 de dezembro de 2019. Estabelece as listas de padrões microbiológicos para alimentos. Brasília, DF, jul. 2022. **Diário Oficial da União:** seção 1, Brasília, DF, edição 249, p. 133, 26 dez. 2019. Disponível em: <https://www.in.gov.br/en/web/dou/-/instrucao-normativa-n-60-de-23-de-dezembro-de-2019-235332356>. Acesso em: 02 ago. 2022.

ANVISA - AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **Instrução Normativa:** IN nº 161, de 1º de julho de 2022. Brasília, DF, 6 jul. 2022a. Disponível em: http://antigo.anvisa.gov.br/documents/10181/2718376/IN_161_2022_.pdf/b08d70cb-add6-47e3-a5d3-fa317c2d54b2. Acesso em: 2 ago. 2022.

ANVISA - AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **Resolução da diretoria colegiada:** RDC n. 724, de 1º de julho de 2022b. Brasília, DF, 6 jul. 2022. Disponível em: http://antigo.anvisa.gov.br/documents/10181/2718376/RDC_724_2022_.pdf/33c61081-4f32-43c2-9105-c318fa6069ce Acesso em: 2 ago. 2022.

ANVISA - AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **Resolução de Diretoria Colegiada:** RDC nº 273, de 01 de julho de 2022. Dispõe sobre os requisitos sanitários do açúcar, açúcar líquido invertido, açúcar de confeitaria, adoçante de mesa... Brasília, DF, 6 jul. 2022c. Disponível em: http://antigo.anvisa.gov.br/documents/10181/2718376/RDC_723_2022_.pdf/7284c430-ea3e-462b-a309-5987857018f9. Acesso em: 21 ago. 2022.

ANVISA - AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **Resolução RDC n. 12, de 02 de janeiro de 2001.** Aprova o regulamento técnico sobre padrões microbiológicos para alimentos. Brasília, DF, 10 jan. 2001. Disponível em: https://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2001/res0012_02_01_2001.html. Acesso em: 02 ago. 2022.

ANVISA - AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. **Resolução-RDC n. 271, de 22 de setembro de 2005.** Brasília, DF, 23 set. 2005b. Disponível em: https://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2005/rdc0271_22_09_2005.html. Acesso em: 2 ago. 2022.

ANDRADE, L. A.; MEDEIROS, S. D. S.; BORGES, M. T. M. R. Avaliação das características físico-químicas do açúcar mascavo adicionado de açúcar bruto de alta polarização. **Brazilian Journal Food Technology**, Campinas, v. 21, 2018. DOI: <https://doi.org/10.1590/1981-6723.19917>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/bjft/a/CBsWyRpLjqKHJ6CsPxt79yk>. Acesso em: 11 ago. 2022.

ANDRADE, S. R. R. de; PORTO, E.; SPOTO, M. H. F. Avaliação da qualidade do caldo extraído de toletes de cana-de-açúcar minimamente processada, armazenados sob diferentes temperaturas. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.28, p. 51-55, 2008. Suplemento. DOI: <https://doi.org/10.1590/S0101-20612008000500009>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/cta/a/BL3dtNrJVS9C6N9knT4gx3c>. Acesso em: 7 nov. 2022.

ARAÚJO, E. *et al.* Qualidade de açúcares mascavo produzidos em um assentamento da reforma agrária. **Alimentação e Nutrição**, Araraquara, v. 22, n. 4, p. 617-621, 2011. ISSN 2179-4448 on line. Disponível em: <https://www.researchgate.net/publication/277796579>. Acesso em: 1 nov. 2021.

ASIKIN, Y. *et al.* Changes in the physicochemical characteristics, including flavor 75science75tes and Maillard reaction products, of non-centrifugal cane brown sugar during storage. **Food Chemistry**, Amsterdã, v. 149, p. 170-177, 15 apr. 2014. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.10.089>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/75science/article/abs/pii/S0308814613015379>. Acesso em: 19 set. 2022.

BETTANI, S. *et al.* Avaliação físico-química e sensorial de açúcares orgânicos e convencionais. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, São Paulo, v. 6, n. 2, p. 155-162, 2014. DOI: <http://dx.doi.org/10.15871/1517-8595/rbpa.v16n2p155-162>. Disponível em: <http://www.bibliotekevirtual.org/index.php/2013-02-07-03-02-35/2013-02-07-03-03-11/1432-rbpa/v16n02/15348-avaliacao-fisico-quimica-e-sensorial-de-acucares-organicos-e-convencionais.html>. Acesso em: 15 ago. 2022.

BOBBIO, P. A.; BOBBIO, F. O. **Química do processamento de alimentos**. 2. ed. Caieiras: Editora Varela, 1995. 151 p.

BORDONAL, R. D. O. *et al.* Sustainability of sugarcane production in Brazil. A review. **Agronomy for Sustainable Development**, [S.l.], v. 38, n. 2, p. 1-23, 2018. DOI: 10.1007/s13593-018-0490-x. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s13593-018-0490-x>. Acesso em: 14 set. 2022.

BRASIL. Comissão Nacional de Normas e Padrões para Alimentos – CNNPA. (1978) – Resolução Aprovada nº 12, de 24 de julho de 1978 normas técnicas especiais, do estado de São Paulo, revistas pela CNNPA, relativas a alimentos (e bebidas), para efeito em todo o território brasileiro. **Diário Oficial [da] União**, Brasília, DF, 24 de julho de 1978. Seção 1.

BRASIL. **Instrução normativa Nº 47, de 30 de agosto de 2018**. Estabelece o Regulamento Técnico do Açúcar. Brasília: Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), 2018. Disponível em: https://www.in.gov.br/materia/-/asset_publisher/Kujrw0TZC2Mb/content/id/39939558/do1-2018-09-06-

instrucao-normativan-47-de-30-de-agosto-de-2018-39939440. Acesso em: 25 mai. 2021.

CADAVID, G.O. **Manual técnico**: Buenas Prácticas Agrícolas - BPA - y Buenas Prácticas de Manufactura - BPM - en la producción de caña y panela, Medellín: FAO, 2007. 199 p. Disponível em: https://repository.agrosavia.co/bitstream/handle/20.500.12324/18313/43120_50541.pdf?sequence=1&isAllowed=y <https://agris.fao.org/agris-search/search.do?recordID=XF2016051495>. Acesso em: 28 out. 2021.

CALDAS, C. S. **Escurecimento do açúcar branco**: influência do processo e do tempo de armazenamento. 2012. Tese (Doutorado em Nutrição) – Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2012. Disponível em: <https://repositorio.ufpe.br/handle/123456789/9069>. Acesso em: 22 set. 2022.

CASTRO, S. B.; ANDRADE, S. A. C. **Tecnologia do açúcar**. Recife: Editora Universitária da UFPE, 2007. 382 p.

CECCHI, H. M. **Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos**. 2. ed. Campinas: Unicamp, 2007. 208 p.

CHAVES, J. B. P.; FERNANDES, A. R.; SILVA, C. D. Produção de açúcar mascavo, melado e rapadura. *In*: SILVA, C. A. B.; FERNANDES, A. R. (ed.). **Projetos de empreendimentos agroindustriais**: produtos de origem vegetal. Viçosa: Editora UFV, 2003. P. 119-169. Disponível em: <https://www.researchgate.net/profile/Aline-Fernandes-4/publication/301867366>. Acesso em: 22 set. 2022. Acesso em:

CHEN, X. M.; KITTS, D. D. Antioxidant and anti-inflammatory activities of Maillard reaction products isolated from sugar–amino acid model systems. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, [S.l.], v. 59, n. 20, p. 11294-11303, 2011. DOI: 10.1021/jf2031583. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/jf2031583>. Acesso em: 22 set. 2022.

CONSELHO DOS PRODUTORES DE CANA-DE-AÇÚCAR, AÇÚCAR E ÁLCOOL DO ESTADO DE SÃO PAULO. **Manual de Instruções**. 6. ed. Piracicaba: CONSECANA, 2015. 80 p.

CREMA, L. C. **Clarificação por flotação com ar dissolvido (FAD) da calda de açúcar cristal para produção de açúcar refinado**. 2012. 128 f. Dissertação (mestrado em Engenharia e Ciência de Alimentos)- Universidade Estadual Paulista, São José do Rio Preto, 2012.

DELGADO, A. D.; DELGADO, A. P. **Produção do açúcar mascavo, rapadura e melado**. Piracicaba: STAB, 1999. 154 p.

DIAS, A. S.; JURADO, R. A. R. **Reações de transformação e vida-de-prateleira de alimentos processados**. São Paulo: Prefeitura da Cidade de

São Paulo; COVISA, 2002. [34 p.]. Apresentação de slides. Disponível em: <http://repositorio.asc.es.edu.br/handle/123456789/1987>. Acesso em: 17 ago. 2021.

FORSYTHE, S. J. **Microbiologia da segurança dos alimentos**. Tradução: Andréia Bianchini. 2. ed. Porto Alegre: Artmed, 2013.

FRANCO, B. D. G. M. Critérios Microbiológicos para avaliação da qualidade de alimentos. *In*: FRANCO, B. D. G. M.; LANDGRAF, M. **Microbiologia dos alimentos**. São Paulo: Atheneu, 2008. cap. 8, p. 149-154.

GENEROSO, W. C. *et al.* Avaliação microbiológica e físico-químicas de açúcares mascavos comerciais. **Revista Instituto Adolfo Lutz**, São Paulo, v. 68, n. 2, p. 259-268. 2009. Disponível em: <https://www.alice.cnptia.embrapa.br/alice/bitstream/doc/661035/1/PROCIRTN2009.00374.pdf>. Acesso em: 18 ago. 2021.

GUIDI, L. R.; FERREIRA, T. G.; PEREIRA, J. A. M. Determinação de isotermas de sorção de açúcar mascavo. *In*: ENCONTRO NACIONAL DE ANALISTAS DE ALIMENTOS, 16.; CONGRESSO LATINO-AMERICANO DE ANALISTAS DE ALIMENTOS, 2., 2009, Belo Horizonte. **Anais[...]**. Belo Horizonte, 2009. p. 1-10.

HINKLE, D. E.; WIERSMA, W.; JURIS, S. G. **Applied statistics for the behavioral sciences**. 5th ed. Boston: Houghton Mifflin, 2003. 756 p.

HONIG, P. **Princípios de tecnologia açucareira**. México: Editora Continental, 1969. 645 p.

HUSSAIN, F. *et al.* Role of cane varieties in sugar industry and gur making. **Journal of Agricultural Research**, [S.l.] v. 46, n. 2, p. 171-181, 2008. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/237591131_ROLE_OF_CANE_VARIETIES_IN_SUGAR_INDUSTRY_AND_GUR_MAKING. Acesso em: 22 set. 2022.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4. ed. São Paulo: IAL, 2005. 1020 p. Disponível em: http://www.ial.sp.gov.br/resources/ediorinplace/ial/2016_3_19/analisedealimento_2008.pdf

INTERNATIONAL COMMISSION FOR UNIFORM METHODS OF SUGAR ANALYSIS. **ICUMSA methods of sugar analysis**: official and tentative methods recommended by the International Commission for Uniform Methods of sugar analysis (ICUMSA). Local de publicação: Amsterdã: Elsevier, 2011. 153 p.

INTERNATIONAL COMMISSION ON MICROBIOLOGICAL SPECIFICATIONS FOR FOODS. Açúcar, xaropes e mel. *In*: INTERNATIONAL COMMISSION ON

MICROBIOLOGICAL SPECIFICATIONS FOR FOODS. **Microrganismos em alimentos 8**: utilização de dados para avaliação do controle de processo e aceitação de produto. São Paulo: Blucher, 2015. cap. 19, p. 367-374.

JAFFÉ, W. R. Nutritional and functional components of non-centrifugal cane sugar: a compilation of the data from the analytical literature. . **Journal of Food Composition and Analysis**, [S.l.], v. 43, p. 194-202, 2015. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2015.06.007>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0889157515001490>. Acesso em: 22 set. 2022.

JAMBASSI, J. R. **Aspecto da qualidade do açúcar**: impactos de diferentes condições de armazenamento e método de classificação por espectroscopia Raman. . 2017. . Dissertação (Mestrado em Ciências)- Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2017. Disponível em: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/11/11138/tde-16082017-152118/en.php>. Acesso em: 22 set. 2022.

JAY, J. M. **Microbiologia de alimentos**. 6. ed. Porto Alegre: Artmed, 2005. 712 p.

JENSEN, S. *et al.* Chemical changes in wheat pan bread during storage and how it affects the sensory perception of aroma, flavour, and taste. . **Journal of Cereal Science**, [S.l.], v. 53, n. 2, p. 259-268, 2011. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jcs.2010.11.007>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0733521011000245>. Acesso em: 22 set. 2022.

JERONIMO, E. M. *et al.* **Produção artesanal de derivados de cana-de-açúcar**: açúcar mascavo, melado, rapadura. Campinas: CDRS, 2020. 57 p. Disponível em: <https://www.cati.sp.gov.br/portal/themes/unify/arquivos/produtos-e-servicos/acervo-tecnico/cana-de-acucar-2020.pdf>. Acesso em: 16 nov. 2021.

JESUS, D. A. **Qualidade microbiológica de amostras de açúcar mascavo**. 2010. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2010. DOI: 10.11606/D.11.2010.tde-17092010-170504. Disponível em: <https://teses.usp.br/teses/disponiveis/11/11141/tde-17092010-170504/pt-br.php>. Acesso em: 13 jul. 2022.

KOCHERGIN, V. Studies of long-term storage of high-quality raw sugar. **Proceedings of the International Society of Sugar Cane Technology**, Réduit, v. 27, 2010. Disponível em: <https://issct.org/wp-content/uploads/proceedings/2010/2010%20Kochergin,%20STUDIES%20OF%20LONG-TERM%20STORAGE%20OF%20HIGH%20QUALITY%20RAW%20SUGAR.pdf>. Acesso em: 21 set. 2022.

KORT, M. J. Colour in the sugar industry. *In*: BIRCH, G. G.; PARKER, K. J. (ed.). **Sugar science and technology**. London: Applied Science, 1978. p. 97-130.

LAKSHMANAN, P. *et al.* Sugarcane biotechnology: the challenges and opportunities. **Vitro Cellular & Developmental Biology-Plant**, [S.l.], v. 41, n. 4, p. 345-363, 2005. Acesso em Disponível em: <https://www.jstor.org/stable/4293870>. Acesso em: 22 set. 2022.

LIMA, T. M. **Estudo energético do bagaço de diferentes variedades de cana-de-açúcar**. 2011. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade Estadual Paulista, Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas, São José do Rio Preto, 2011. Disponível em: <https://docplayer.com.br/87821777-Estudo-energetico-do-bagaco-de-diferentes-variedades-de-cana-de-acucar.html>. Acesso em: 22 set. 2022.

LOPES, C. H. Problemas de qualidade do açúcar na armazenagem. **Jornal da Cana**, São Paulo, 2002. Disponível em: <https://jornalcana.com.br/problemas-de-qualidade-do-acucar-na-armazenagem/>. Acesso em: 16 nov. 2021.

LOPES, C. H., BORGES, M. T. M. R. **Produção de açúcar mascavo, rapadura e melado de cana**. Rio Grande do Sul: CNA; SEBRAE; SENAR, 1998. 44 p.

MACHADO, S. S. **Tecnologia da fabricação do açúcar**. Inhumas: IFG; Santa Maria: Universidade Federal de Santa Maria, 2012. 56p. Disponível em: https://www.ufsm.br/app/uploads/sites/413/2018/12/11_tecnologia_fabricacao_acucar.pdf. Acesso em: 14 ago de 2022.

MARTIN, S. I. F. S.; JONGEN, W. M. F.; Van BOEKEL, M. A. J. S. A review of Maillard reaction in food and implications to kinetic modeling. **Trends Food Science Technology**, [S.l.], v.11, p. 364-373, 2001. DOI: [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(01\)00022-X](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(01)00022-X). Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S092422440100022X>. Acesso em: 23 ago. 2022.

MARTINS, L. L. *et al.* Determinação de pH e atividade de água (Aa) e sua inter-relação com o perfil bacteriológico de salsichas tipo “hot dog” comercializadas nos municípios do Rio de Janeiro e Niterói–RJ. **Revista Brasileira de Ciência Veterinária**, Niterói, v. 18, n. 2/3, p. 92-96, maio/dez. 2011.

MATOS, J. A. M. **Análise de matérias estranhas e sujidades no açúcar mascavo**. 2018. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Tecnologia em Alimentos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campo Mourão, 2018. Disponível em: <http://riut.utfpr.edu.br/jspui/handle/1/6488>. Acesso em: 23 set.2022.

McGEE, H. **Keys to good cooking**: a guide to making the best of foods and recipes. EUA: Penguin, 2010. 553 p.

MENDONÇA, R. C.; RODRIGUES, R. S.; ZAMBIAZI, R. C. Açúcar mascavo em geleadas de maçã. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 30, n. 6, p.1053-1058, 2000.

MINGUETTI, F. F. **Influência dos sistemas de produção, convencional e orgânico, na qualidade da cana-de-açúcar (Saccharum spp) e do açúcar mascavo**. 2012. Dissertação (Mestrado em Agroecologia e Desenvolvimento Rural) - Universidade Federal de São Carlos, Araras, 2012. Disponível em: <https://repositorio.ufscar.br/handle/ufscar/147>. Acesso em: 18 ago. 2022.

MIRANDA, N. T. *et al.* Sugarcane bagasse pyrolysis: a review of operating conditions and products properties. . **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, [S.l.], v. 149, oct. 2021. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.rser.2021.111394>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1364032121006791>. Acesso em: 22 set. 2022.

MUJICA, M. V.; GUERRA, M.; SOTO, M. N. Efecto de la variedad, lavado de la caña y temperatura de punto o sobre la calidad de la panela granulada. **Interciência**, Venezuela, v. 33, n. 8, p. 598-603, 2008. Disponível em: http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0378-18442008000800010 Acesso em: 18 ago. 2022.

NATIONAL CANNERS ASSOCIATION. **Laboratory manual for food canners and processors**: analysis, sanitation, and statistics. 3. ed. Western: AVI Publishing Company, 1968. 2 v.

OLIVEIRA, D. T.; ESQUIAVETO, M. M. M.; SILVA JÚNIOR, J. F. Impacto dos itens da especificação do açúcar na indústria alimentícia. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, , Campinas, v. 27, p. 99-102, ago. 2007. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/cta/a/QMyJ4D4htn5b7jxQxVWcPJx/?format=pdf&lang=p>. Acesso em: 27 ago. 2021.

ORSOLIN, J. **Gestão da comercialização na cadeia agroindustrial familiar do açúcar mascavo**. 2002. Dissertação (Mestrado em Agronegócios) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2002. Disponível em: <https://lume.ufrgs.br/handle/10183/37333>. Acesso em: 19 ago. 2021.

PARAZZI, C. *et al.* A. Análises microbiológicas do açúcar mascavo. **Bioscience Journal**, Uberlândia, v. 25, n.3, p. 32-34. 2009. Disponível em: <http://www.seer.ufu.br/index.php/biosciencejournal/article/view/6906/4573>. Acesso em: 18 ago. 2022.

PINTO, J. V. **Elaboração de manual prático para determinação de vida-de-prateleira de produtos alimentícios**. 2015. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Alimentos) – Instituto de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015. Disponível em: <https://www.lume.ufrgs.br/handle/10183/141323>. Acesso em: 19 ago. 2021.

R CORE TEAM. **R: a language and environment for statistical computing**. Vienna: Foundation for Statistical Computing, 2020. Disponível em: <https://www.R-project.org/>. Acesso em: 28 mar. 2021.

RIBEIRO, E. P.; SERAVALLI, E. A. G. **Química de alimentos**. 2. ed. São Paulo: Blucher, 2007. 196 p.

RIPOLI, T. C. C.; RIPOLI, M. L. C. **Biomassa de cana-de-açúcar: colheita, energia e ambiente**. Piracicaba: Barros & Marques Ed. Eletrônica, 2004. 302 p.

ROCHA, A. L. B. *et al.* Fatores que afetam a formação de cor durante armazenamento de açúcar cristal branco. *In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUÍMICA*, 20., 2014. Florianópolis. **Anais[...]**. São Paulo: Blucher, 2015. p. 4818-4825. DOI: 10.5151/chemeng-cobeq2014-1643-18254-148334. Disponível em: <https://www.proceedings.blucher.com.br/article-details/fatores-que-afetam-a-formao-de-cor-durante-armazenamento-de-acar-cristal-branco-17231>. Acesso em: 22 set. 2022.

RÓS, R. R. **Caracterização química, físico-química, higiênico-sanitária e sensorial de açúcar mascavo produzido por sistemas convencional e orgânico**. 2019. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Tecnologia em Alimentos)– Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Medianeira, 2019. Disponível em: <https://repositorio.utfpr.edu.br/jspui/handle/1/13283>. Acesso em: 22 set. 2022.

SALGADO, D. L. *et al.* Effect of different types of sugar on guava jams' physical, physicochemical, and sensory properties. **Acta Scientiarum Technology**, Maringá, v. 44, n. 1, 2022.

SANTOS, F. *et al.* (ed.). **Sugarcane biorefinery, technology and perspectives**. Londons: Academic Press, 2019. 289 p.

SILVA, A. F. S. **Caracterização e determinação de minerais em amostras de açúcares brasileiros**. 2017. Dissertação (Mestrado em Ciências)- Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2017. Disponível em: <https://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/11/11141/tde-15082017-144746/en.php>. Acesso em: 15 jul. 2022.

SILVA, A. R.; PARAZZI, C. Monitoramento microbiológico do açúcar mascavo. *In: CONGRESSO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA*, 11., 2003, São Carlos. **Resumos[...]**. São Carlos: UFSCar, 2003. 1 CD-ROM.

SILVA, M. M. P. Caracterização da produção e avaliação de indicadores de qualidade tecnológica de amostras de melado do estado de São Paulo. 2012. 57 fl. Dissertação (Mestrado em Agroecologia e Desenvolvimento Rural)- Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 2012. Disponível em: <https://repositorio.ufscar.br/handle/ufscar/135>. Acesso em: 22 set. 2022.

SILVA, N.; JUNQUEIRA, V. C. A. ; SILVEIRA, N. F. A. **Manual de métodos de análises microbiológicas de alimentos**. São Paulo: Varela, 1997. 295p.

SILVA, N. *et al.* Contagem de bolores e leveduras. *In: SILVA, N. et al. Manual de métodos de análise microbiológica de alimentos e água*. 5. ed. São Paulo: Blucher, 2017. p. 87-106.

SILVA, N.; *et al.* **Manual de métodos de análise microbiológica de alimentos e água**. 4. ed. São Paulo: Livraria Varela Editora, 2010.

SILVA, R. F. *et al.* Avaliação da qualidade de açúcares mascavado. **Revista de Ciências Agrárias**, Lisboa, v. 41, n. 4, p. 1098-1106, 2018. DOI: 10.19084/RCA18077. Disponível em: <https://revistas.rcaap.pt/index.php/rca/article/view/16787>. Acesso em: 22 set. 2022.

SINGH, S. *et al.* Microbial profile of stored jaggery: a traditional indian sweetener. **Sugar Tech**, [S.l.], v. 11, n. 2, p. 213-216, 2009. DOI: 10.1007/s12355-009-0034-4. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s12355-009-0034-4>. Acesso em: 19 ago. 2022.

SOUZA, E. C. *et al.* Condições sanitárias de açúcar mascavo, demerara e de coco comercializados a granel na cidade de Maceió, A. L. **Higiene Alimentar**, São Paulo, v. 32, n. 284/285, p. 99-103, 2018. Disponível em: [https://fi-admin.bvsalud.org/document/view/jzh9b#:~:text=a%C3%A7%C3%BAcares%20de%20coco%2C%20demerara%20e%20masca%2D%20vo%20todos%20comercializados%20a,21\)%20para%20bolores%20e%20leveduras](https://fi-admin.bvsalud.org/document/view/jzh9b#:~:text=a%C3%A7%C3%BAcares%20de%20coco%2C%20demerara%20e%20masca%2D%20vo%20todos%20comercializados%20a,21)%20para%20bolores%20e%20leveduras). Acesso em: 22 set. 2022.

STRUCK, S. *et al.* Sugar replacement in sweetened bakery goods. **International Journal of Food Science & Technology**, Reino Unido, v. 49, n. 9, p. 1963-1976, 2014. DOI: 10.1111/ijfs.12617. Disponível em: <https://ifst.onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/ijfs.12617>. Acesso em: 22 set. 2022.

TISCHLER, A. L. *et al.* Sugarcane harvest time for processing and technological quality of brown sugar. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**,

Brasília, v. 56, 2021. DOI: 10.1590/S1678-3921.pab2021.v56.02435. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/pab/a/GRDLtrcVwj3VzWW4brvH7cq>. Acesso em: 22 set. 2022.

TOSUN, I.; USTUN, N. S. Nonenzymic browning during storage of white hard grape pekmez (Zile pekmezi). **Food Chemistry**, Amsterdã, v. 80, n. 4, p. 441-443, 2003. Disponível em: https://www.academia.edu/29639414/Nonenzymic_browning_during_storage_of_white_hard_grape_pekmez_Zile_pekmezi. Acesso em: 22 set. 2022.

VANDENBERGHE, L. P. S. *et al.* Beyond sugar and ethanol: The future of sugarcane biorefineries in Brazil. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, Amsterdã, v. 167, oct. 2022. DOI: 1016/j.rser.2022.112721. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1364032122006104>. Acesso em: 22 set. 2022.

VERRUMA-BERNARDI, M. R. *et al.* Avaliação microbiológica, físico-química e sensorial de açúcares mascavos comercializados na cidade de São Carlos – SP. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v. 10, n. 3, p. 205-211, 2007. Disponível em: <http://bjft.ital.sp.gov.br/arquivos/artigos/v10n3293a.pdf>. Acesso em: 16 jul. 2022. Acesso em: 19 ago. 2022.

VERRUMA-BERNARDI, M. R. *et al.* Avaliação sensorial de açúcar mascavo. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v. 14, p. 29-38, ago. 2010. Edição especial. Trabalho apresentado no 6º Simpósio Ibero-Americano de Análise Sensorial - SENSIBER, 2010, São Paulo. DOI: 10.4260/BJFT201114E000104. Disponível em: <https://www.alice.cnptia.embrapa.br/alice/bitstream/doc/909516/1/2011066.pdf>. Acesso em: 19 ago. 2022.

VIANA, E. S.; *et al.* **Physicochemical and Sensory Characterization of Banana and Araçá-Boi Jam**. 4. ed. São Paulo: IAL-Instituto Adolfo Lutz, 2005.

YANG, L. *et al.* New Value-Added Sugar and Brown Sugar Products from Sugarcane: A Commercial Approach. **Sugar Tech**, [S.l.], v. 22, n. 5, p. 853-857, 2020. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s12355-020-00811-4>. Acesso em: 28 ago. 2022.

ZAGO, E. A. *et al.* **Métodos analíticos para o controle da produção de álcool e açúcar**. 2. ed. Piracicaba: Fermentec/Fealq/Esalq, 1996. 194 p.