

UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
ESCOLA DE AGRONOMIA

RENATA CRISTINA DUARTE MARQUES

**ESTUDO FÍSICO–QUÍMICO, MICROBIOLÓGICO E
TECNOLÓGICO DE RESÍDUOS DA
INDUSTRIALIZAÇÃO DE MILHO E
APROVEITAMENTO ALIMENTAR A PARTIR DA
ELABORAÇÃO DE MASSAS ALIMENTÍCIAS.**

Goiânia
2016

**TERMO DE CIÊNCIA E DE AUTORIZAÇÃO PARA DISPONIBILIZAR VERSÕES ELETRÔNICAS
DE TESES E
DISSERTAÇÕES NA BIBLIOTECA DIGITAL DA UFG**

Na qualidade de titular dos direitos de autor, autorizo a Universidade Federal de Goiás (UFG) a disponibilizar, gratuitamente, por meio da Biblioteca Digital de Teses e Dissertações (BDTD/UFG), regulamentada pela Resolução CEPEC nº 832/2007, sem ressarcimento dos direitos autorais, de acordo com a Lei nº 9610/98, o documento conforme permissões assinaladas abaixo, para fins de leitura, impressão e/ou *download*, a título de divulgação da produção científica brasileira, a partir desta data.

1. Identificação do material bibliográfico: ☒ **Dissertação** ☐ **Tese**

2. Identificação da Tese ou Dissertação:

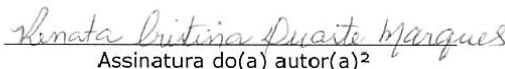
Nome completo do autor: Renata Cristina Duarte Marques

Título do trabalho: ESTUDO FÍSICO-QUÍMICO, MICROBIOLÓGICO E TECNOLÓGICO DE RESÍDUOS DA INDUSTRIALIZAÇÃO DE MILHO E APROVEITAMENTO ALIMENTAR A PARTIR DA ELABORAÇÃO DE MASSAS ALIMENTÍCIAS.

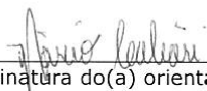
3. Informações de acesso ao documento:

Concorda com a liberação total do documento ☒ **SIM** ☐ **NÃO**¹

Havendo concordância com a disponibilização eletrônica, torna-se imprescindível o envio do(s) arquivo(s) em formato digital PDF da tese ou dissertação.


Assinatura do(a) autor(a)²

Ciente e de acordo:


Assinatura do(a) orientador(a)²

Data: 03 / 10 / 17

¹ Neste caso o documento será embargado por até um ano a partir da data de defesa. A extensão deste prazo suscita justificativa junto à coordenação do curso. Os dados do documento não serão disponibilizados durante o período de embargo.

Casos de embargo:

- Solicitação de registro de patente
- Submissão de artigo em revista científica
- Publicação como capítulo de livro
- Publicação da dissertação/tese em livro

²A assinatura deve ser escaneada.

RENATA CRISTINA DUARTE MARQUES

**ESTUDO FÍSICO–QUÍMICO, MICROBIOLÓGICO E
TECNOLÓGICO DE RESÍDUOS DA
INDUSTRIALIZAÇÃO DE MILHO E
APROVEITAMENTO ALIMENTAR A PARTIR DA
ELABORAÇÃO DE MASSAS ALIMENTÍCIAS.**

Dissertação apresentada à Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Escola de Agronomia da Universidade Federal de Goiás, como exigência para obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Orientador: Prof. Dr. Márcio Caliarí

Co-Orientadores: Prof. Dr. Manoel Soares Soares Júnior
Dra. Keyla de Oliveira Ribeiro

Goiânia
2016

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor, através do
Programa de Geração Automática do Sistema de Bibliotecas da UFG.

Marques, Renata Cristina Duarte
ESTUDO FÍSICO-QUÍMICO, MICROBIOLÓGICO E TECNOLÓGICO
DE RESÍDUOS DA INDUSTRIALIZAÇÃO DE MILHO E
APROVEITAMENTO ALIMENTAR A PARTIR DA ELABORAÇÃO DE
MASSAS ALIMENTÍCIAS [manuscrito] / Renata Cristina Duarte
Marques. - 2016.
234 f.: il.

Orientador: Prof. Dr. Márcio Caliarí ; co-orientador Dr. Manoel
Soares Soares Júnior ; co-orientador Dr. Keyla de Oliveira Ribeiro .
Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Goiás, Escola
de Agronomia (EA), Programa de Pós-Graduação em Ciência e
Tecnologia de Alimentos, Goiânia, 2016.
Bibliografia. Anexos. Apêndice.
Inclui gráfico, tabelas, lista de figuras, lista de tabelas.

1. Resíduo. 2. Zera Mays L.. 3. Sustentabilidade. 4. Macarrão. 5.
Isotermas de Sorção. I. , Márcio Caliarí, orient. II. Título.

CDU 66.0



UNIVERSIDADE FEDERAL DE GOIÁS
ESCOLA DE AGRONOMIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS
MESTRADO

ATA DA REUNIÃO DA BANCA EXAMINADORA DA DEFESA DE DISSERTAÇÃO DE RENATA CRISTINA DUARTE MARQUES. Aos vinte e seis dias do mês de agosto de 2016 (26/8/2016), às 14h00min, reuniram os componentes da Banca Examinadora: Prof. Dr. Márcio Caliani – Orientador – PPGCTA/EA/UFG, a Profa. Dra. Rosângela Vera – EA/UFG e a Profa. Dra. Mayra Conceição Peixoto Martins Lima – IFGoiano/Rio Verde, para sob a presidência do primeiro, e em sessão pública realizada na sala 209 – prédio Pequi-EA/UFG, proceder a avaliação da defesa de dissertação intitulada: “ESTUDO FÍSICO - QUÍMICO, MICROBIOLÓGICO E TECNOLÓGICO DE RESÍDUOS DA INDUSTRIALIZAÇÃO DE MILHO E APROVEITAMENTO ALIMENTAR A PARTIR DA ELABORAÇÃO DE MASSAS ALIMENTÍCIAS”, em nível de MESTRADO, área de concentração em CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS, de autoria de **RENATA CRISTINA DUARTE MARQUES** discente do Programa de PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS da Universidade Federal de Goiás. A sessão foi aberta pelo presidente da Banca Examinadora, Prof. Dr. Márcio Caliani, que fez a apresentação formal dos membros da Banca. A palavra, a seguir, foi concedida a autora da dissertação, que, em trinta minutos, procedeu a apresentação de seu trabalho. Terminada a apresentação, cada membro da Banca fez arguição da examinada, tendo-se adotado o sistema de diálogo sequencial. Terminada a fase de arguição, procedeu-se à avaliação da defesa, tendo-se em vista o que consta na Resolução nº. 1010/2011 do Conselho de Ensino, Pesquisa, Extensão e Cultura (CEPEC), que regulamenta o Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, e procedidas às correções recomendadas, a dissertação foi **Aprovada** e, para fins de expedição do diploma de MESTRE EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS, na área de concentração em CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS pela Universidade Federal de Goiás, a mesma deverá proceder de acordo com as normas, nos termos do artigo 68 da resolução do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos. Cumpridas as formalidades de pauta, às 16h30min, a presidência da mesa encerrou esta sessão de defesa de dissertação, e para constar, lavrou-se a presente Ata, que, depois de lida e aprovada, é assinada pelos membros da Banca Examinadora em três vias de igual teor.

Prof. Dr. Márcio Caliani
Presidente – PPGCTA/EA/UFG

Profa. Dra. Rosângela Vera
Membro – EA/UFG

Profa. Dra. Mayra Conceição Peixoto Martins Lima
Membro – IFGoiano/Rio Verde

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho às todos que estiveram ao meu lado durante este projeto de desenvolvimento, meus pais, família, antigos amigos, amigos novos e eternos, aos meus orientadores, e a todas as pessoas importantes que me fizeram entender o valor do trabalho árduo, do foco e da dedicação.

AGRADECIMENTOS

A realização deste trabalho só foi possível através do apoio de todos que estiveram ao meu lado, ajudando no que fosse possível, para que ao final, tudo desse certo. Apenas palavras não expressam toda a gratidão que tenho sentido, em especial: Ao meu querido orientador Prof. Dr. Márcio Caliri pelos ensinamentos, pela confiança depositada e também pela paciência que teve comigo durante todo este tempo. Foi um privilégio trabalhar ao seu lado, contribuindo para minha formação profissional.

À Universidade Federal de Goiás, pela realização das análises microbiológicas e microscópicas em seus laboratórios da Faculdade de Física e da Faculdade de Nutrição, agradecendo em especial às queridas Camilla Alves e Maria Raquel Hidalgo Campos.

Aos amigos especiais que se dedicaram em me ajudar e não deixar que eu desistisse dessa conquista, Camila Teixeira, Monik Maryelle, Marina Mendonça, Jennifer Vieira, Aryane Oliveira, Manuela Barbosa, Érica Oliveira, André Luiz, Ana Liliam Ferreira, Maria Siqueira e todos que estiveram ao meu lado nos momentos bons e ruins. Vocês foram muito importantes para a realização deste projeto pessoal, se dedicando nas realizações das análises, nos estudos extra universitários e nos momentos de lazer, teria sido muito mais difícil sem a companhia de vocês.

Aos meus familiares, que me ajudaram tanto. Principalmente aos meus pais que de forma brilhante e exemplar foram meu esteio, mesmo distante de casa estiveram ao meu lado a todo tempo, me deram apoio psicológico, muito amor e também os puxões de orelha necessários nas horas certas. São meus amores, agradeço e dedico a eles não só este trabalho, mas toda a minha vida.

À CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) pela concessão da bolsa de estudo durante todo o projeto.

Aos professores da banca examinadora, por reservarem um pouco do seu tempo na dedicação a este trabalho.

À Deus, pela luz, sabedoria, orientação e proteção durante todo este tempo.

A todos muitíssimo obrigada!

“Conhecer não é demonstrar nem explicar, é acender a visão.”

(Antoine de Saint-Exupéry)

RESUMO

O milho é um dos cereais mais produzidos e consumidos em todo o mundo, sendo a industrialização dos grãos de milho por via úmida um dos métodos de obtenção de diferentes tipos de coprodutos. A indústria FEBELA Agroindustrial Ltda apresenta o sistema de moagem úmida com modificações, onde são gerados através do processamento para obtenção de amido dois coprodutos, um com perfil fibroso e outro com perfil proteico/gorduroso, especificamente diferente aos coprodutos convencionais obtidos neste tipo de processamento. A grande preocupação com impactos ambientais e o grande desperdício e perdas, levam à necessidade de avaliação do aproveitamento destes coprodutos. Este estudo teve como objetivo avaliar a viabilidade microbiológica, nutricional e tecnológica dos dois coprodutos produzidos pela empresa, e reaproveitamento através da elaboração de farinhas, com estudo físico-químico e o aproveitamento na elaboração de massas alimentícias. Foram realizadas as análises microbiológicas dos coprodutos úmidos onde foi constatado a estabilidade e adequação dos coprodutos para aproveitamento na elaboração das farinhas. As farinhas foram analisadas quanto à composição proximal, comportamento tecnológico, estrutural, propriedades viscoamilográficas e térmicas. Foi observado que a farinha oriunda do coproduto fibroso apresentou maiores teores de fibra alimentar, maior concentração de amido, e maior incidência de grânulos de amido de maior tamanho. A farinha obtida do coproduto proteico/gorduroso apresentou maior teor de proteínas e lipídios, com baixa viscosidade após o processo de gelatinização e baixa entalpia de gelatinização quando comparada a farinha fibrosa. As isotermas de sorção encontradas para ambas as farinhas apresentaram influência da temperatura de análise e podem ser representadas pelo modelo matemático de Peleg. A combinação entre 60,05% de semolina, 23,3% de farinha fibrosa e 16,7% de farinha proteico/gordurosa proporcionou uma massa alimentícia experimental com melhor aceitação sensorial e intenção de compra, e propriedades de cozimento desejáveis. As farinhas de coproduto de milho fibrosa e proteico/gordurosa podem ser uma alternativa para a indústria de produção de amido, pois agregam valor aos resíduos sólidos, que após processados podem ser empregados no desenvolvimento de diversos produtos para alimentação humana.

Palavras-chave: Resíduo, *Zea Mays* L., sustentabilidade, alimentação funcional, macarrão, isotermas de sorção.

ABSTRACT

Corn is a most produced and consumed cereal across the world the industrialization of the corn grains by wet milling is one of the methods for obtaining various types of byproducts. The FEBELA Agroindustrial Ltd. have wet milling system changes, which are generated through the process for obtaining starch two co-products, one with fibrous profile and the other with the protein/fat profile, specifically different from the conventional products obtained in this type of processing. The major concern with environmental impacts and the huge waste and loss lead to the need to evaluate the use of these co-products. This study aimed to evaluate the microbiological viability, nutrition and technology of the two co-products produced by the company, through the preparation of flour, physical-chemical study of prepared meals and the use of flour in the preparation of pasta. Microbiological analyzes of wet co-products where it was found the stability and suitability of co-products to the use in the preparation of meals. Flours were analyzed for proximate composition, technological, structural behavior, viscoamylographic and thermal properties. It was observed that the fibrous coproduct derived flour showed higher dietary fiber content, the higher starch concentration and a higher incidence of starch granules of increased size. The flour obtained from protein/fatty co-product showed higher content of proteins and lipids with low viscosity after the process of gelatinization and low gelatinization enthalpy when compared to fibrous flour. The sorption isotherms found for both flours presented the influence of the analysis temperature and can be represented by the mathematical model of Peleg. The combination of 60.05% of semolina, 23.3% of fibrous flour and 16.7% of protein/fat meals provided an experimental pasta with better sensory acceptance and purchase intent, and desirable baking properties. The milled co-product of fibrous and protein/fat corn, can be an alternative to starch manufacturing industry because add value to waste, which after processing can be employed in the development of several products for human consumption.

Key-words: Residue, *Zea Mays* L., sustentability, functional food, pasta, sorption isotherms.

LISTA DE TABELAS

CAPÍTULO 1

Tabela 1	Modelos matemáticos teóricos e empíricos de isotermas de sorção.....	34
Tabela 2	Modelos matemáticos selecionados para avaliação do ajuste de comportamento das isotermas de adsorção e dessorção de farinha fibrosa (FMA) e farinha proteico/gordurosa (FMB), nas temperaturas de 20, 30 e 40°C.....	47
Tabela 3	Concentrações mínimas e máximas determinadas para farinha de milho fibrosa (FMA), farinha de milho proteico/gordurosa (FMB) e semolina (SEM) nas formulações de massa alimentícia.....	48
Tabela 4	Planejamento experimental para estudo do efeito das farinhas de milho oriundas dos coprodutos, FMA e FMB, e semolina nas propriedades tecnológicas de massas alimentícias experimentais. Valores em concentrações reais (g do componente por 100 g de mistura) e pseudocomponentes.....	50

CAPÍTULO 2

Tabela 5	Perfil microbiológico de coprodutos úmidos da industrialização do amido de milho ceroso, de perfil fibroso e proteico/gorduroso.....	76
Tabela 6	Percentual de amostra retida nas peneiras durante a análise granulométrica das farinhas de milho fibrosa (FMA) e proteico/gordurosa (FMB).....	78
Tabela 7	Umidade, cinzas, extrato etéreo total, proteínas, fibra alimentar total (FAT), fibra alimentar insolúvel (FAI), fibra alimentar solúvel (FAS), amido, açúcares totais, açúcares redutores, carboidratos totais (b.s) (g 100g ⁻¹) e valor energético total (VET) (kJ/g) das farinhas de milho fibrosa (FMA) e proteico/gordurosa (FMB).....	79
Tabela 8	Acidez (ml g ⁻¹), pH, índice de solubilidade em água (ISA), índice de absorção de água (IAA), índice de absorção de óleo (IAO), atividade	

	de água (a_w), índice de peróxido (IP), parâmetros instrumentais de cor (L^* , a^* , b^*), croma e °Hue de farinha fibrosa de milho (FMA) e farinha proteico/gordurosa de milho (FMB).....	84
Tabela 9	Propriedades de pasta de farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico/gordurosa (FMB). Pico de gelatinização (<i>Peak</i>), Início de gelatinização (<i>Trough</i>), Viscosidade de quebra de gelatinização (<i>Breakdown</i>), Viscosidade final de gelatinização (<i>Final Viscosity</i>), Tendência à retrogradação (<i>Setback</i>) [cP], Tempo de pico de gelatinização (<i>Peak Time</i>) [min], Temperatura de Gelatinização (<i>Pasting Temperature</i>) [°C].....	89
Tabela 10	Propriedades térmicas de farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico/gordurosa (FMB). Temperatura de início, meio e fim de gelatinização ($T_{G\ onset}$, $T_{G\ midpoint}$, $T_{G\ end}$) [°C], Capacidade calorífica de Gelatinização [$J\ g^{-1}\ ^\circ C^{-1}$] e Entalpia de gelatinização (ΔH_{gel}) [$J\ g^{-1}$].....	90
Tabela 11	Perfil microbiológico de farinhas de milho fibrosa e proteico/gordurosa.....	91
Tabela 12	Modelos matemáticos selecionados para avaliação do ajuste de comportamento das isotermas de adsorção e dessorção de farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico/gordurosa (FMB), nas temperaturas de 20, 30 e 40°C.....	102
Tabela 13	Valores estimados para os coeficientes dos modelos e fatores estatísticos das curvas de adsorção em farinha fibrosa (FMA).....	110
Tabela 14	Valores estimados para os coeficientes dos modelos e fatores estatísticos das curvas de dessorção em farinha fibrosa (FMA).....	111
Tabela 15	Valores estimados para soma total de <i>scores</i> atribuídos aos fatores estatísticos em para as propriedades de sorção da farinha de milho fibrosa (FMA), para soma total nas temperaturas de 20, 30 e 40°C.....	112
Tabela 16	Valores estimados para os coeficientes dos modelos e fatores estatísticos das curvas de adsorção em farinha proteico/gordurosa	

	(FMB).....	122
Tabela 17	Valores estimados para os coeficientes dos modelos e fatores estatísticos das curvas de dessorção em farinha proteico/gordurosa (FMB).....	123
Tabela 18	Valores estimados para soma total de <i>scores</i> atribuídos aos fatores estatísticos em cada temperatura para as propriedades de sorção da farinha de milho proteico/gordurosa (FMB).....	124
Tabela 19	Planejamento experimental para estudo do efeito das farinhas de milho oriundas dos coprodutos, FMA e FMB, e semolina nas propriedades tecnológicas de massas alimentícias experimentais. Valores em concentrações reais (g do componente por 100 g de mistura) e pseudocomponentes.....	139
Tabela 20	Composição proximal e parâmetros instrumentais de cor das matérias primas farináceas utilizadas na elaboração de massas alimentícias experimentais tipo talharim, semolina (SEM), farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico/gordurosa (FMB).....	143
Tabela 21	Composição proximal (b.s.) e valor energético total das formulações experimentais de massa alimentícia a partir da mistura de semolina (SEM), farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico/gordurosa (FMB).....	146
Tabela 22	Modelos para propriedades tecnológicas de tempo ótimo de cozimento (TOC), ganho de massa (GM), perda de sólidos (PS) e atividade de água (aw), para parâmetros instrumentais de cor L*, a*, b*, Croma e °Hue, e para perfil de textura de firmeza, com coeficientes de nível de significância (P), coeficientes de determinação experimental (R ²), coeficientes de determinação ajustados (R _{aj} ²) e falta de ajuste (F.A.) em função dos teores de semolina (x ₁), farinha de milho fibrosa (x ₂) e farinha de milho proteico/gordurosa (x ₃) (em pseudocomponentes) em massas alimentícias experimentais.....	149
Tabela 23	Características de qualidade de macarrão experimental selecionado (ME) formulado com 16,7% de FMB, 23,3% de FMA e 60,05% de SEM, e de macarrão de sêmola de marca comercial.....	161

Tabela 24	Respostas tecnológicas, texturais e de parâmetros instrumentais de cor encontrados e esperados da formulação experimental selecionada no teste de desejabilidade, de acordo com os modelos preditos.....	162
Tabela 25	Composição proximal de macarrão experimental selecionado formulado com 16,7% de FMB, 23,3% de FMA e 60,05% de SEM.....	163
Tabela 26	Planejamento experimental das formulações de massas alimentícias obtidas a partir de semolina (SEM) e das farinhas de coprodutos, FMA e FMB. Valores em concentrações reais (g do componente por 100 g de mistura) e pseudocomponentes.....	175
Tabela 27	Influência da temperatura de secagem (LT e VHT) nas propriedades tecnológicas de tempo ótimo de cozimento, ganho de massa e perda de sólidos; e na atividade de água, de massas alimentícias obtidas pela mistura ternária de SEM, FMA e FMB.....	180
Tabela 28	Fatores resposta de cor em relação à influência da temperatura de secagem (LT e VHT) em massas alimentícias oriundas da mistura de SEM, FMA e FMB.....	187
Tabela 29	Perfil do comportamento de textural de massas alimentícias obtidas pela mistura SEM/FMA/FMB de secas nas temperaturas de secagem de 30°C e 90°C nos testes de firmeza (Warner-Blatzer) e quebra (3-point-bending).....	190
Tabela 30	Comportamento das propriedades de pasta de massas alimentícias secas em temperaturas de 30°C e 90°C, compostas da mistura de SEM, FMA e FMB.....	192
Tabela 31	Perfil das propriedades térmicas de massas alimentícias secas em temperaturas de 30°C e 90°C, compostas da mistura de SEM, FMA e FMB.....	195

LISTA DE FIGURAS

CAPÍTULO 1

Figura 1	Fluxograma de processamento de moagem úmida convencional.....	29
Figura 2	Isotermas de sorção e histerese.....	33
Figura 3	Amostras úmidas de coprodutos de milho. A) Coproduto de milho semelhante a farelo convencional de milho úmido; B) Coproduto de milho com característica de polpa emulsionada.....	40
Figura 4	Fluxograma das etapas do experimento. A) Produção das farinhas dos coprodutos da moagem via úmida do milho. B) Produção de massa alimentícia com misturas de farinha de milho fibrosa (FMA), farinha de milho proteico/gordurosa (FMB) e semolina (SEM).....	41
Figura 5	Cilindro moldador de massa alimentícia das amostras experimentais tipo talharim (A), trefilação da massa alimentícia experimental (B)..	51
Figura 6	Análise de tempo ótimo de cozimento. A) Procedimento de cocção, B) Metodologia de compressão entre placas até desaparecimento do eixo central.....	52
Figura 7	Análise de firmeza em massa cozida, teste de Warner-Blatzer.....	55
Figura 8	Análise de quebra em massa seca, teste 3-point-bending.....	55

CAPÍTULO 2

Figura 9	Amostras úmidas de coprodutos de milho. A) Coproduto de milho semelhante a farelo convencional de milho úmido; B) Coproduto de milho com característica de polpa emulsionada.....	76
Figura 10	Farinha de coproduto proteico/gorduroso da industrialização do milho via úmida. (A) Farinha de coproduto fibroso da industrialização do milho via úmida (B).....	77
Figura 11	Micrografias de farinha de milho fibrosa (FMA). (A) ampliação de 150x. (B) Ampliação de 1500x. (C) Ampliação de 1700x. (D) Ampliação de 2000x.....	87
Figura 12	Micrografias de farinha de milho proteico/gordurosa (FMB). (A)	

	ampliação de 150x. (B) Ampliação de 1500x. (C) Ampliação de 1700x. (D) Ampliação de 2000x.....	88
Figura 13	Curvas de sorção de farinha fibrosa (FMA) nas temperaturas de 20°C (A), 30°C (B) e 40°C (C) respectivamente.....	106
Figura 14	Curvas de sorção de farinha proteico/gordurosa (FMB) nas temperaturas de 20°C (D), 30°C (E) e 40°C (F) respectivamente.....	107
Figura 15	Curvas de sorção de farinha fibrosa (FMA) experimentais e modelos correlacionados. A) 20°C, B) 30°C e C) 40°C.....	114
Figura 16	Modelos preditivos de isothermas de adsorção em FMA, gráficos residuais para Peleg e Chirife a 20°C (A), 30°C (B) e 40°C (C) respectivamente.....	116
Figura 17	Modelos preditivos de isothermas de dessorção em FMA, gráficos residuais para Peleg e GAB a 20°C (A), 30°C (B) e 40°C (C) respectivamente.....	117
Figura 18	Gráficos da correlação entre as umidades de equilíbrio experimentais e preditas para adsorção em FMA a 20°C (A), 30°C(B) e 40°C (C) para os modelos de Peleg e Chirife.....	119
Figura 19	Gráficos da correlação entre as umidades de equilíbrio experimentais e preditas para dessorção em FMA a 20°C (A), 30°C(B) e 40°C (C) para os modelos de Peleg e GAB.....	120
Figura 20	Curvas de sorção de farinha proteico/gordurosa (FMB) experimentais e modelos correlacionados. A) 20°C, B) 30°C e C) 40°C.....	125
Figura 21	Modelos preditivos de isothermas de adsorção em FMB, gráficos residuais para Peleg e Chirife a 20°C (A), 30°C (B) e 40°C (C) respectivamente.....	126
Figura 22	Modelos preditivos de isothermas de dessorção em FMB, gráficos residuais para Peleg e GAB a 20°C (A), 30°C (B) e 40°C (C) respectivamente.....	127
Figura 23	Gráficos da correlação entre as umidades de equilíbrio experimentais e preditas para adsorção em FMB a 20°C (A), 30°C(B) e 40°C (C) para os modelos de Peleg e Chirife.....	129
Figura 24	Gráficos da correlação entre as umidades de equilíbrio	

	experimentais e preditas para dessorção em FMB a 20°C (A), 30°(B) e 40°C (C) para os modelos de Peleg e GAB.....	130
Figura 25	Micrografias estruturais das matérias primas utilizadas na produção de formulações experimentais de massas alimentícias tipo talharim. (A) Farinha de milho fibrosa (FMA), (B) farinha de milho proteico/gordurosa (FMB), (C) semolina (SEM).....	144
Figura 26	Macarrão experimental. (A) Fresco, (B) Seco.....	148
Figura 27	(A) Tempo ótimo de cozimento (TOC), (B) ganho de massa (GM), (C) perda de sólidos (PS), (D) atividade de água (aw) de massa alimentícia fresca em função das concentrações de semolina (SEM), farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico/gordurosa (FMB) em pseudocomponentes.....	151
Figura 28	(A) Luminosidade (L*), (B) parâmetro instrumental a*, (C) parâmetro instrumental b*, (D) cromaticidade (Croma), (E) ângulo Hue (°Hue) de massa alimentícia fresca em função das concentrações de semolina (SEM), farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico/gordurosa (FMB) em pseudocomponentes.....	155
Figura 29	Firmeza de massa alimentícia fresca em função das concentrações de semolina (SEM), farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico/gordurosa (FMB) em pseudocomponentes.....	159
Figura 30	Teste de desejabilidade utilizando parâmetros de firmeza, parâmetros instrumentais de cor b*, a* e L*, ganho de massa e tempo ótimo de cozimento, em pseudocomponentes.....	160
Figura 31	(A) Aceitação sensorial de talharim experimental com maior conteúdo proteico (70/20/10), maior conteúdo fibroso (50/25/25) e amostra experimental selecionada no teste de desejabilidade (60,05/23,3/16,7) em concentrações reais para os parâmetros de cor, sabor, odor, textura e avaliação global. (B) Teste de intenção de compra da amostra de maior desejabilidade.....	163
Figura 32	Micrografias eletrônicas de varredura de massa alimentícia processada em diferentes temperaturas de secagem. Formulação 65% SEM, 25% FMA, 10% FMB.....	181

LISTA DE EQUAÇÕES

CAPÍTULO 1

Equação 1	Cálculo para determinação de carboidratos.....	43
Equação 2	Cálculo para determinação do valor energético total.....	43
Equação 3	Cálculo do índice de solubilidade em água.....	44
Equação 4	Cálculo do índice de absorção de água.....	44
Equação 5	Cálculo para cromaticidade.....	45
Equação 6	Cálculo do ângulo Hue.....	45
Equação 7	Cálculo para determinação geral de pseudocomponentes.....	49
Equação 8	Cálculo para determinação de pseudocomponentes em FMA e FMB..	49
Equação 9	Cálculo para determinação de pseudocomponentes em SEM.....	49
Equação 10	Cálculo para ganho de massa.....	53
Equação 11	Cálculo para determinação do Qui-quadrado reduzido.....	57
Equação 12	Cálculo para determinação da raiz do quadrado médio do erro.....	57
Equação 13	Cálculo para determinação do erro relativo médio em porcentagem....	58
Equação 14	Cálculo para determinação do resíduo padronizado.....	59

APÊNDICES E ANEXOS

Apêndice A	Passo a passo para modelagem matemática de isotermas de sorção utilizado para o software estatístico STATISTICA 7.....	204
Apêndice B	Ficha de avaliação da análise sensorial com aparência global e intenção de compra.....	206
Apêndice C	Termo de Consentimento e Livre Esclarecido.....	207
Apêndice D	Tabela de distribuição de <i>scores</i> para os fatores estatísticos erro médio relativo em porcentagem (P), qui-quadrado reduzido (χ^2), raiz do quadrado médio do erro (RQME) e de coeficiente de determinação (R^2), para determinação dos modelos matemáticos preditos para farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico/gordurosa (FMB).....	210
Apêndice E	Tempo ótimo de cozimento (TOC), ganho de massa (GM), perda de sólidos (PS), atividade de água (aw) e firmeza das formulações experimentais de massas alimentícias em função da concentração de semolina (SEM), farinha fibrosa de milho (FMA) e farinha proteico/gordurosa de milho (FMB).....	226
Apêndice F	Parâmetros instrumentais de cor (L^* , a^* , b^*), cromaticidade (croma) e °Hue das formulações experimentais de massas alimentícias em função da concentração de semolina (SEM), farinha fibrosa de milho (FMA) e farinha proteico/gordurosa de milho (FMB).....	226
Anexo A	Análise de variância dos modelos para influência da mistura ternária de FMA:FMB:SEM nas propriedades de massas alimentícias, contendo significância do erro total, falta de ajuste, erro puro e erro total ajustado.....	227
Anexo B	Micrografias das massas alimentícias secas a 30°C e a 90°C respectivamente, em todas as formulações com ampliação de 1600x e 4300x para a superfície e de 55x e 3000x para corte transversal.....	231

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1	22
1 INTRODUÇÃO	22
2 REVISÃO DE LITERATURA	24
2.1 Milho (<i>Zea Mays</i> L.)	24
2.2 Processamento do milho	25
2.3 Utilização do amido na indústria de alimentos	28
2.4 Aproveitamento de resíduos	29
2.5 Isotermas de Sorção	30
2.6 Massas alimentícias	33
3 OBJETIVOS	37
3.1 Objetivo geral	37
3.2 Objetivos específicos	37
4 MATERIAL E MÉTODOS	38
4.1 Material	38
4.2 Métodos	39
4.2.1 Coleta, e caracterização das matérias primas in natura e pós-secagem	40
4.2.1.1 Coleta e armazenamento	40
4.2.1.2 Composição proximal e análises físico-químicas das matérias primas	41
4.2.1.2.1 Composição proximal	41
4.2.1.2.2 Índice de peróxido	41
4.2.1.2.3 Índice de absorção e solubilidade em água	42
4.2.1.2.4 Capacidade de absorção de óleo	43
4.2.1.2.5 Parâmetros instrumentais de cor	43
4.2.1.2.6 Atividade de Água	43
4.2.1.2.7 Análise de propriedades de pasta	44
4.2.1.2.8 Análise de propriedades térmicas	44
4.2.1.2.9 Microscopia Eletrônica de Varredura	44
4.2.2 Isotermas de sorção	45
4.2.3 Produção de massas alimentícias	46
4.2.3.1 Delineamento experimental de misturas do ensaio	46
4.2.3.2 Processamento de massas alimentícias	48

4.2.3.3 Propriedades tecnológicas dos macarrões	49
4.2.3.3.1 Tempo Ótimo de Cozimento	49
4.2.3.3.2 Perda de sólidos	50
4.2.3.3.3 Ganho de massa	51
4.2.3.3.4 Composição proximal e atividade de água	51
4.2.3.3.5 Parâmetros instrumentais de cor	51
4.2.3.3.6 Propriedades térmicas.....	51
4.2.3.3.7 Propriedades de pasta	52
4.2.3.3.8 Propriedades estruturais.....	52
4.2.3.3.9 Textura.....	52
4.2.4 Análises microbiológicas.....	54
4.2.5 Análise sensorial.....	54
4.2.6 Análises estatísticas	55
4.2.6.1 Composição Proximal	55
4.2.6.2 Modelagem matemática de isotermas de sorção	55
4.2.6.3 Delineamento experimental de mistura para massas alimentícias.....	57
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES	59
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	60
CAPÍTULO 2	69
5.1 ARTIGO 1	69
DESENVOLVIMENTO DE FARINHAS DE COPRODUTOS DA INDUSTRIALIZAÇÃO DO MILHO: CARACTERIZAÇÃO PROXIMAL, PROPRIEDADES TÉRMICAS, VISCOAMILOGRÁFICAS, ESTRUTURAIS E PERFIL MICROBIOLÓGICO.	69
5.1.1 Introdução.....	69
5.1.2 Material e Métodos.....	70
5.1.3 Resultados e Discussões	73
5.1.4 Conclusão	90
5.1.6 Referências Bibliográficas.....	90
5.2 ARTIGO 2	97
PROPOSTA DE METODOLOGIA NUMÉRICA PARA SELEÇÃO DO MELHOR MODELO MATEMÁTICO PARA DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES DE SORÇÃO DE FARINHAS DE COPRODUTOS DA INDUSTRIALIZAÇÃO DO MILHO.....	97

5.2.1 Introdução	97
5.2.2 Material e Métodos	99
5.2.3 Resultados e Discussões	102
5.2.4 Conclusão	129
5.2.5 Referências Bibliográficas.....	130
5.3 ARTIGO 3	134
INFLUÊNCIA DA MISTURA TERNÁRIA DAS FARINHAS DE MILHO FIBROSA, PROTEICO/GORDUROSA E SEMOLINA SOBRE A QUALIDADE TECNOLÓGICA, SENSORIAL E MICROBIOLÓGICA DE MASSAS ALIMENTÍCIAS.....	134
5.3.1 Introdução	134
5.3.2 Material e Métodos	136
5.3.3 Resultados e Discussões	140
5.3.4 Conclusão	162
5.3.5 Referências Bibliográficas.....	163
5.4 ARTIGO 4	170
INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SECAGEM NAS PROPRIEDADES DE MASSAS ALIMENTÍCIAS OBTIDAS DA MISTURA DE SEMOLINA E FARINHAS DE COPRODUTOS DE MILHO.....	170
5.4.1 Introdução	170
5.4.2 Material e Métodos	172
5.4.3 Resultados e Discussões	176
5.4.4 Conclusão	194
5.4.5 Referências Bibliográficas.....	195
6 CONSIDERAÇÕES FINAIS	200
APÊNDICES	202
ANEXOS	225

CAPÍTULO 1

1 INTRODUÇÃO

O milho (*Zea Mays* L.) é um dos produtos agrícolas mais produzidos no mundo, abrangendo toda a escala produtiva, desde a agricultura familiar até a produção patronal. O consumo do milho é muito difundido em várias culturas, além de proporcionar o desenvolvimento agrícola e industrial de muitos outros produtos beneficiados, a partir das diferentes composições do grão. Este cereal é uma fonte importante de energia, proteína e fibras tanto para alimentação humana quanto animal (GERALDI et al., 2012).

No processamento de milho há a obtenção de vários subprodutos como fubá, farelo, óleo, amido, canjica, entre outros. Este processamento pode ser feito através da aplicação de operações de moagem, podendo ser realizadas nas formas de moagem a seco e moagem por via úmida (EMBRAPA, 2011). A moagem a seco é o processo mais comum devido à menor necessidade de tecnologias e facilidade de processamento dos grãos. Já no processamento de moagem úmida, é favorecida a produção de diversos subprodutos tendo como o de maior importância o amido.

Na obtenção do amido também há a possibilidade de extração de diferentes coprodutos residuais de alto interesse, principalmente na alimentação animal, como os farelos e complexos proteicos (ABIMILHO, 2015). Os coprodutos, como farelos, oriundos de processos de industrialização, podem ser eficientemente utilizados para consumo humano.

Industrialmente os resíduos, em forma de coprodutos úmidos, são de difícil descarte e utilidade, entretanto quando utilizados para elaboração de novos produtos podem agregar propriedades funcionais, principalmente relacionadas a fatores nutricionais. Os farelos contribuem com sabor doce e agradável quando adicionados como substituição de farinhas em produtos de panificação, além deste fator agregam melhoria nutricional ampliando as quantidades de fibras, proteínas, vitaminas e minerais (KAUR et al., 2012).

O uso de coprodutos da industrialização do amido na elaboração de novos alimentos pode ser uma alternativa de minimização da emissão de poluentes ao ambiente e agregação de valor à produção industrial, além de disponibilizar a possibilidade de inserção de novos produtos à cadeia produtiva e ao mercado consumidor.

A empresa goiana FEBELA Agroindustrial Ltda., tem como processo principal a industrialização de amido convencional e ceroso (*waxy*), através de moagem via úmida. A moagem realizada na empresa não possui a etapa de degerminação, o que permite que durante a produção do amido, o conteúdo oleaginoso do milho também esteja agregado ao processamento. Desta forma durante as etapas de produção são liberados dois coprodutos não convencionais deste tipo de processamento, se tornando um obstáculo na produção devido a sua dificuldade de descarte, e se tornando uma possível fonte de estudos como alternativa para o desenvolvimento de novos produtos.

O primeiro coproduto trata-se do resíduo de separação da fração proteico amilácea do milho, dos resíduos de moagem como casca, farelo e parte do gérmen. O segundo coproduto advém das operações de flotação, decantação e centrifugação, da separação da parte proteica do amido, o coproduto remete a um padrão característico de emulsão com aspecto gorduroso e proteico.

Um dos aproveitamentos mais comuns relacionados à coprodutos com perfil farináceo é a utilização em massas alimentícias. As massas alimentícias são produtos largamente consumidos globalmente, se tornando uma importante alternativa na segurança alimentar, devido a sua conveniência e palatabilidade. São alimentos de fácil armazenamento, cozimento, manuseio e atualmente considerados como um veículo ideal para agregação de melhoria nutricional em dietas (BELLO-PÉREZ et al., 2015). O macarrão tradicional é normalmente feito a partir de semolina de trigo. Muitos estudos têm sido realizados afim de, através da adição de outras farinhas de cereais ou leguminosas, maximizar as características nutricionais dessas massas alimentícias (GALLEGO-INFANTES et al., 2010).

Com o advento à idealização do reaproveitamento sustentável de resíduos industriais gerados durante variados processos de produção, é possível agregar valor aos coprodutos da industrialização de cereais e grãos, como farelos e resíduos úmidos com perfil alimentício agregado. A panificação e a produção de alimentos correlatos permite uma ampla aplicabilidade destes coprodutos. Desta forma, justifica-se a caracterização e estudo de novas tecnologias no desenvolvimento de alimentos para ampliar e disponibilizar alternativas alimentares aos consumidores, auxiliando assim na manutenção da sustentabilidade produtiva e segurança alimentar.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Milho (*Zea Mays* L.)

O milho (*Zea Mays* L.) é consumido pelos povos americanos desde o ano 5 mil a.C., sendo a alimentação básica de várias civilizações importantes ao longo dos séculos. Com a expansão pós-descoberta pelas grandes navegações, a cultura do milho se expandiu para outras partes do mundo (ABIMILHO, 2015).

De acordo com Celeres (2014), o milho é uma das maiores culturas agrícolas consumidas atualmente, sendo cerca de 50% da produção direcionada ao consumo humano ou ao processamento industrial. A elevação do uso do milho tanto na alimentação humana quanto animal se deu principalmente pelo seu caráter nutricional em relação a fornecimento energético, proteico, fibroso e oleaginoso. Cada cem gramas do alimento fornece cerca de 360 kcal, sendo oriundas de aproximadamente 70% de carboidratos totais, 10% de proteínas e 4,5% de lipídios totais (ABIMILHO, 2015). Todas estas propriedades podem ser maximizadas ou minimizadas com o processamento (GERALDI et al., 2012).

O Brasil é um dos maiores produtores mundiais de milho, a expectativa de produção para o biênio 2015/2016 em relação a este cereal é de 27,8 milhões de toneladas (CONAB, 2016). A ideia principal do destino da safra de milho é atender as necessidades de consumo da mesa dos brasileiros, entretanto esta finalidade de produção representa a menor parcela de destino, a maior parte do uso dos grãos vai para o processamento industrial e fábricas de rações animais. Quando voltado ao consumo direto, o grão é transformado e comercializado na forma de óleos, farinhas, amido, margarina, xarope de glucose, flocos, entre outros usos indiretos na produção de alimentos e bebidas (MAPA, 2015).

Geralmente os grãos do milho são amarelos ou brancos, são formados por: endosperma, gérmen, pericarpo (casca) e ponta. O endosperma representa, aproximadamente, 83% do peso do grão seco, sendo constituído, principalmente, de amido (EMBRAPA, 2006).

O amido é a principal fonte de reserva energética nos vegetais, é encontrado em forma de grânulos que variam em tamanho e forma de espécie para espécie. Os grânulos de amido são constituídos de dois polissacarídeos diferentes a amilose e a amilopectina.

No milho convencional a amilopectina representa em torno 75% da composição do amido (ORDOÑEZ, 2007). A proporção amilose/amilopectina afeta as propriedades nutricionais e tecnológicas do amido, desta forma através de modificação genética é possível obter amidos com concentrações de 1% ou menos de amilose. Estes são denominados amidos cerosos ou *waxy* (HUNG et al., 2006).

Os amidos cerosos ou *waxy*, apresentam características como menor temperatura de gelatinização, menor viscosidade, e menores evidências de retrogradação (JIRANUNTAKUL et al., 2010).

Baseadas nas características do grão de milho existem tipos diferentes deste cereal, os mais importantes são o dentado, o duro, farináceo e o de pipoca (PAES, 2006). As principais diferenças entre os tipos de milho são a forma e tamanho, estrutura do endosperma e tamanho do germe. No milho duro o endosperma do grão apresenta-se em estado vítreo enquanto que no dentado e farináceo o endosperma se apresenta no estado farináceo na região central, ponta e extremo superior do grão (MUSSOLINI, 2009).

O endosperma do grão é constituído por grânulos de amido envolvidos por uma matriz de proteínas. A compactação destes grânulos é o fator mais importante da microestrutura relacionada à dureza dos grãos de milho, onde quanto mais duros os grãos de milho maiores os teores de proteína e menores as quantidades de amido (DUARTE, 2007). Sendo assim, quanto mais duros os grãos, maior a resistência à hidratação, comportando-se diferentemente dos grãos farináceos, isso influencia diretamente no rendimento e composição de seus derivados. Portanto o tipo de grão, e as condições de processamento estão diretamente interligados.

2.2 Processamento do milho

Com o objetivo de diminuir o tamanho de partículas e amplificar as possibilidades de produtos oriundos das várias partes do grão de milho, a moagem é o processo mais utilizado na industrialização do grão (ABIMILHO, 2010). Na moagem a seco, o grão é triturado na ausência de umidade, gerando produtos como canjicas, fubás e gritz; na úmida, onde é utilizada água para separação de suas partes (película, gérmen, proteína e amido), são gerados um grande número de produtos como o amido, dextrinas,

xaropes de glicose entre outros. Estes são os dois processos aplicados no beneficiamento do milho (EMBRAPA, 2011).

A moagem úmida do milho tem como principal objetivo a obtenção do amido do milho. A indústria de moagem do milho por volta dos anos 1880 descartava os resíduos de fibras, germe e proteína do milho. Com o aproveitamento destes resíduos estas indústrias se tornaram mais rentáveis, através da possibilidade da reutilização para alimentação animal, nas formas de *corn gluten meal* e *corn gluten feed*; e pela extração do óleo de milho (RAMÍREZ et al., 2008). De acordo com Zhuang et al. (2013) os coprodutos da moagem úmida do milho, *corn glutens*, contém 60% em massa de proteínas, com um déficit de conteúdo de aminoácidos essenciais. Isto é o que difere o de glúten de milho obtido na moagem úmida, do glúten de outros cereais, composto de gliadina e glutenina.

O fluxograma de produção da moagem úmida convencional é demonstrado na Figura 1, onde é possível observar as etapas de produção do amido de milho e de seus resíduos.

Neste processo os grãos passam, primeiramente, pela etapa de limpeza. Após a limpeza, o milho é levado a tanques, onde permanecem em média 40 horas em uma solução aquosa adicionada de *lactobacillus* e dióxido de enxofre, sendo esta mistura aquecida em temperaturas em torno de 50°C, etapa é denominada maceração. Durante este processo há a separação do teor de amido e da proporção proteica do grão, que é acelerada pela formação do ácido sulfuroso agindo no endosperma do milho, durante a fermentação (LOPES et al., 2006).

Por sua importância, a maceração é considerada o coração do processo de moagem úmida, pois sua realização de forma adequada facilita a obtenção máxima de amido sem contaminantes proteicos e resíduos com baixo teor amiláceo (CABRALES, 2006).

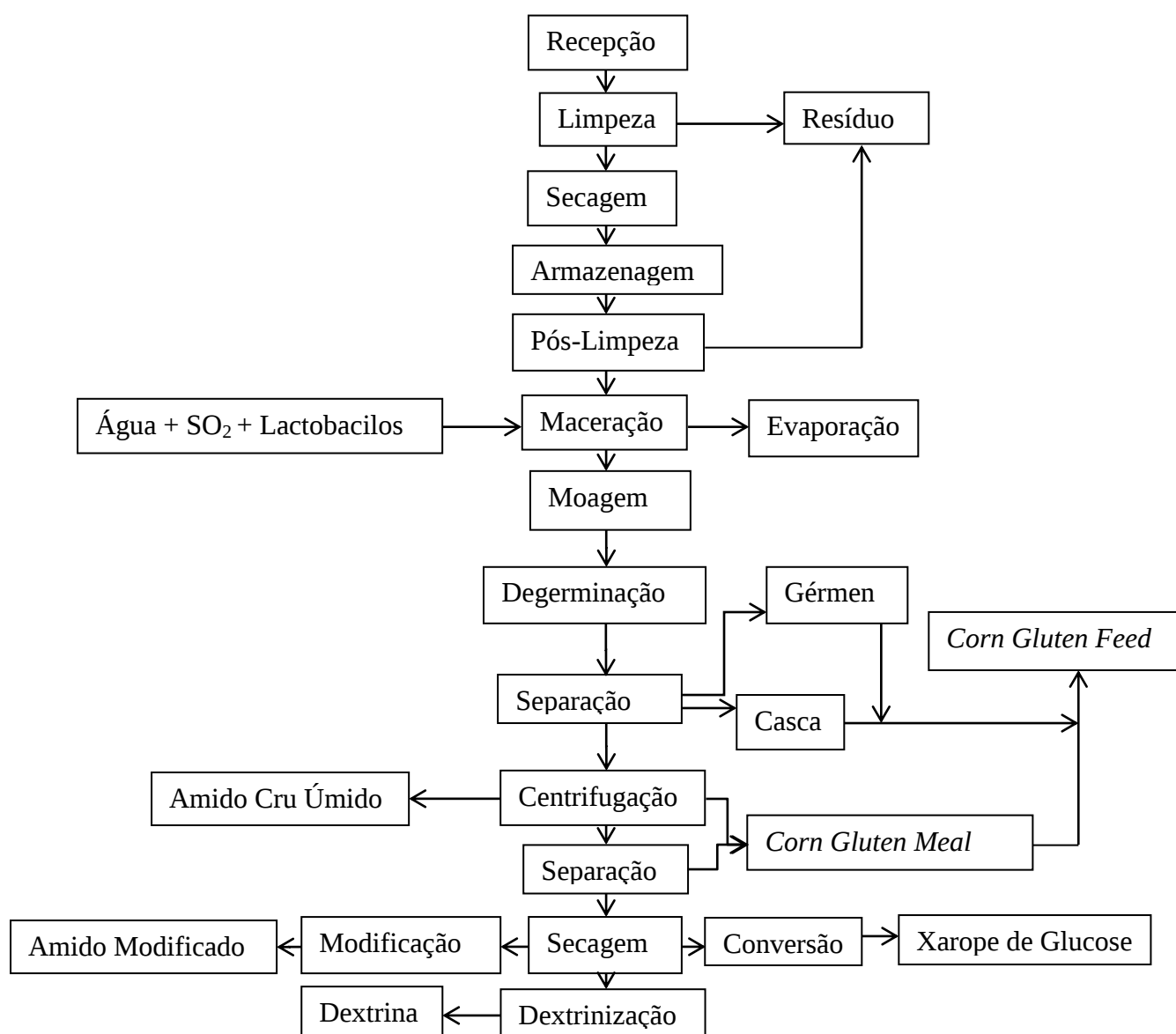
Após a maceração o grão é enviado para a moagem onde ocorre a degerminação e separação, pela passagem do material moído por hidrociclones, eliminando o gérmen e cascas dos demais componentes. O produto resultante deste processo denominado “leite do amido”, juntamente com a proteína do milho é centrifugado para que a haja a separação proteína-amido, sendo o resíduo gerado desta separação o *corn gluten meal*, e como produto final principal, o amido (RAUSCH; BELYEA, 2006).

Após a degerminação, separação do glúten do milho (*corn gluten meal*) e do amido por centrifugação, a solução concentrada remanescente juntamente ao resíduo

fibroso da degerminação é seca e moída, passando a constituir o *corn gluten feed* (SANTOS, 2004).

Figura 1. Fluxograma de processamento de moagem úmida convencional.

Fonte: ABIMILHO (2010)



Existem variações e adaptações no sistema de moagem via úmida do milho, entre estas adaptações pode-se citar o processamento realizado pela empresa FEBELA Agroindustrial Ltda. Nesta empresa processadora de milho por moagem úmida, por

adaptações no processo, a diferença básica em relação ao processamento convencional, é a ausência do processo de degerminação após a maceração.

Após a moagem, o processo inicial de separação (peneiramento) libera um resíduo de caráter fibroso, com alta presença de cascas e alta umidade, com aspecto de farelo de milho. O segundo resíduo obtido na centrifugação do amido, é uma massa de caráter emulsionada, com alto teor proteico e gorduroso devido à presença da gordura do gérmen não extraído.

A indústria em questão também trabalha com o processamento de amido de milho modificado do tipo ceroso ou *waxy*. Pelas peculiaridades dos resíduos gerados, é interessante a inclusão dos mesmos como coprodutos na industrialização de novos alimentos a partir dos vários tipos de tecnologias de aproveitamento de resíduos de milho.

2.3 Utilização do amido na indústria de alimentos

Nas indústrias de panificação e produção de massas alimentícias, o amido de milho é muito utilizado como componente básico ou coadjuvante de tecnologia na melhoria da fabricação, apresentação ou conservação dos produtos (OLIVEIRA FILHO; MANCINI, 2009). Amidos nativos têm sido utilizados como coadjuvantes em produção de alimentos desde tempos antigos em diferentes produtos. Estes amidos são empregados em alimentos devido suas propriedades espessantes e geleificantes, sendo também bons reguladores e estabilizadores de textura (ADEBOWALE et al., 2005).

Segundo Cavalcanti et al. (2011) o amido pode entre outras funções, servir para facilitar ou melhorar o processamento de alimentos, fornecer textura e fornecer sólidos em suspensão. Esta utilização poder ser limitada de acordo com as características físico químicas do amido, pois seus grânulos são normalmente insolúveis em água, o que requer cozimento para ativação das propriedades anteriormente citadas. Após o cozimento o amido também pode apresentar tendência na perda da viscosidade e espessamento no resfriamento, então é necessário avaliar o tipo de alimento a ser produzido (SITOHY et al., 2000).

Conforme Guimarães (2012) amidos com propriedades específicas, como os pré gelatinizados ou modificados, também são necessários para conceder atributos funcionais e de desejabilidade específica na produção de alimentos. As principais

intenções ao utilizar este tipo de amido são a modificação nas características de cozimento dos produtos, redução da retrogradação após resfriamento do amido gelatinizado, redução da tendência da formação de géis, aumento da estabilidade e transparência em pastas e géis, melhoria de textura, aumento da capacidade de formação de filmes, aumento da adesividade do produto e agregação de poder emulsificante pelo amido (BEMILLER, 1997).

Na indústria de massas alimentícias o amido é utilizado com a intenção principal de redução no tempo de cocção e melhoria nas propriedades tecnológicas das massas, com substituições de 25 a 50% em relação à farinha de trigo convencionalmente usada. Além destes fatores o uso do amido em macarrões também beneficia a manutenção do peso em massas secas e facilita a digestibilidade dessas massas, podendo ser bastante indicadas também para o consumo infantil e de idosos (FRANCO et al., 2002).

2.4 Aproveitamento de resíduos

A redução da emissão de resíduos industriais ao ambiente tem cada vez ganhado mais atenção visto o foco de sustentabilidade no processamento industrial de bens e serviços (PELIZER; PONTIERI; MORAES, 2007). Segundo Timofiecsyk e Pawlowsky (2000) e Launfenberg (2003) o termo resíduo é utilizado não agrupando somente sólidos, mas também efluentes e gases liberados em emissões atmosféricas com uma abrangência de muitas substâncias que possam conter alto valor agregado. Podendo não ser só visualizadas como matérias-primas, mas também podendo ser convertidas em produtos comerciais.

Dentro do processamento industrial, quando a partir dos resíduos é possível se obter um novo produto, o resíduo passa a se chamar subproduto ou coproduto. Uma maior utilização de coprodutos é limitada devido à falta de conhecimentos quanto à composição química, comportamento físico e estrutural, viabilidade econômica e garantia de segurança alimentar e ambiental destes coprodutos industriais (MENEGETTI; DOMINGUES, 2008).

Os resíduos de extração (bagaços) são uns dos principais coprodutos industriais gerados na agroindustrialização de alimentos. Dentro dessa classe de coprodutos encontram-se cascas, sementes, talos, polpas não comercializáveis, entre outros componentes (COELHO; WOSIACK, 2010). Há uma necessidade de utilização destas

fontes normalmente descartadas com o intuito de melhoramento em características nutricionais em novos alimentos, se mostrando como uma alternativa viável ao aproveitamento de resíduos (SANTANA; OLIVEIRA, 2005).

Os coprodutos obtidos dos componentes do bagaço como sementes, talos e cascas são principalmente utilizados para produção de farinhas, utilizadas em processos de criação de produtos da panificação como biscoitos e pães (PUMAR et al., 2008; STORCK et al., 2013). Estas farinhas são utilizadas principalmente na forma de agregar valor na quantidade de fibras alimentares e redução nos teores de açúcares e valor energético total.

O farelo de glúten de milho, composto pelos *corn gluten meal* e *corn gluten feed* oriundos de componentes do bagaço de milho, é um dos principais coprodutos do processamento por via úmida, sendo composto por fibras, gérmen e resíduos não recuperados no processo de separação do amido e do glúten (NEIVA et al., 2004). O aproveitamento deste coproduto é normalmente direcionado para a alimentação animal. Tendo em vista as propriedades deste tipo de coproduto, também pode se estudar a possibilidade de sua utilização na alimentação humana.

Estudos realizados por Tomicki et al. (2015) mostraram que o aproveitamento do coproduto da industrialização do milho na elaboração de massa alimentícia obteve aceitação satisfatória e viabilidade comercial positiva.

A definição das características físico-químicas e nutricionais dos coprodutos industriais, bem como seu comportamento em relação às alterações ocasionadas por operações de processamento e armazenamento, se tornam um fator de conhecimento obrigatório na utilização destes coprodutos para a elaboração de novos alimentos (RIBEIRO; FINZER, 2010).

2.5 Isotermas de Sorção

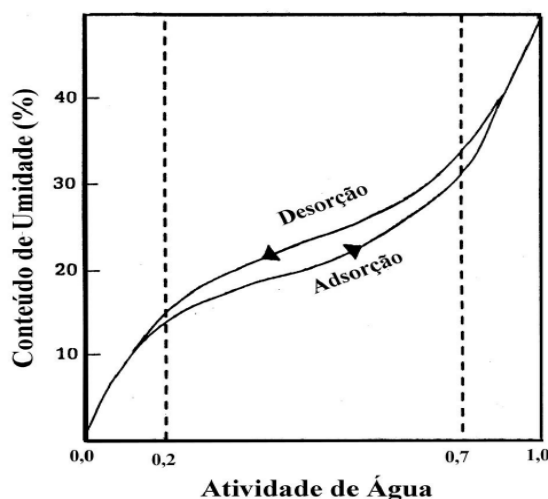
A quantidade de água dispõe um comportamento de estabilidade ao alimento. A atividade de água é uma das mais efetivas formas de representar o comportamento da água no alimento em relação à umidade, caracterizando, por exemplo, zonas de crescimento microbiológico e atividade enzimática (PARK et al., 2008). Segundo Andrade et al. (2011), a atividade de água pode ser vista nas isotermas de sorção através dos processos de adsorção, quando as moléculas de água dos alimentos,

progressivamente e reversivelmente misturam-se aos componentes sólidos do alimento por sorção química, adsorção física ou condensação de multicamadas; ou por processo de dessorção onde ocorre o inverso do processo de adsorção.

A forma de expressar este comportamento se dá através das isotermas de sorção que predizem de forma linearizável o equilíbrio entre a atividade de água e o conteúdo de umidade no alimento a temperatura constante (CHOUDHURY; SAHU; SHARMA, 2011).

A Figura 2 representa as isotermas de sorção dos processos de adsorção e dessorção. Quando as curvas de sorção, adsorção e dessorção, não coincidem ocorre um processo denominado histerese (PARK et al., 2008). O fenômeno da histerese ocorre sempre que o equilíbrio termodinâmico da sorção de água não é alcançado, isto pode estar relacionado às alterações do estado físico do alimento, nos processos de dessorção, da isoterma, em operações de secagem modificando de tal maneira que ao entrar em contato novamente com a água no processo de adsorção, o alimento não consegue voltar ao seu estado original, e se possível que isto aconteça o processo segue muito lentamente (WALSTRA, 2003).

Figura 2. Isotermas de sorção e histerese. Fonte: PARK et al.(2007)



Labuza (1968) descreve três teorias para as isotermas sendo estas cinética, potencial e capilar. Dentro da teoria cinética, Langmuir (1918) relacionou a fração molar do componente em condensação versus a fração molar que evapora relacionando este fato à quantidade de mols adsorvíveis na superfície, restrito a monocamada molecular, com base no desenvolvimento deste modelo e tratando da adsorção

multimolecular Brunauer, Emmet e Teller (BET) (1938), o modificaram através da consideração do número da monocamada, permitindo assim uma avaliação complexa das regiões tanto de baixa quanto de alta de atividade de água. Na teoria potencial, Harkis e Jura (1944) consideraram a distribuição da força superficial de um filme adsorvido, causando neste filme um comportamento de um líquido em estado bidimensional. Já na teoria capilar é considerado o conhecimento da distribuição de poros no alimento, não sendo aplicada a poros de dimensões moleculares (LABUZA, 1968).

Baseados nestas teorias autores determinaram modelos empíricos, estes correlacionam dados experimentais de isotermas de sorção em alimentos. Os modelos mais utilizados são os demonstrados na Tabela 1.

Tabela 1. Modelos matemáticos teóricos e empíricos de isotermas de sorção.

Nome do Modelo	Equação
BET	$M_w = \frac{M_0 C a_w}{(1 - a_w)(1 + (C - 1)a_w)}$
Oswin	$M_w = C \left(\frac{a_w}{1 - a_w} \right)^n$
Halsey	$M_w = \left(-\frac{C}{\ln a_w} \right)^{\frac{1}{n}}$
GAB	$M_w = \frac{M_0 C K a_w}{(1 - K a_w)(1 - K a_w + C K a_w)}$
Peleg	$M_w = C_1 a_w^{C_3} + C_2 a_w^{C_4}$
Chung-Pfost	$\ln(a_w) = -A \exp(-B M_w)$
Smith	$M_w = A + (B \cdot \log[1 - a_w])$

Fonte: CLADERA-OLIVEIRA et al. (2009).

Com base nos conhecimentos da atividade de água é possível prever o comportamento de secagem de um alimento pela cinética, onde se pode determinar a rapidez com que um alimento perde umidade (PARK et al., 2007).

Romani et al (2014) afirmam que qualidade e preservação de produtos ricos em multicomponentes, como os farelos e farinhas, é uma questão complexa devido as reações físico-químicas diferentes que ocorrem simultaneamente, por exemplo no armazenamento. Segundo Romani et al. (2012) as farinhas apresentam vida de prateleira geralmente longa devido ao seu baixo teor de umidade. Entretanto essa característica pode ser alterada através de migração e redistribuição entre as interações da matriz com a água durante o decorrer da vida útil dos alimentos. A partir do conhecimento da mobilidade e avaliação dos alimentos em interação com a água, esta pode interferir diretamente na qualidade de produtos, inclusive a redução do tempo de armazenamento dos mesmos (TROYGOT et al., 2011).

2.6 Massas alimentícias

A massa alimentícia ou macarrão é denominada como o produto não fermentado, empastado a partir do amassamento mecânico de farinha de trigo comum ou integral, ou sêmola (semolina) de trigo, ou derivados de cereais, leguminosas, raízes e tubérculos, adicionados ou não de outros ingredientes (BRASIL, 2000). As variedades de massas alimentícias, formatos e tamanhos, o fácil processamento e a simplicidade de consumo e cozimento fazem deste alimento uma mercadoria global. A facilidade de manufatura e a formulação simples fazem do macarrão um excelente meio de veiculação de nutrientes (CARINI et al., 2012).

O consumo do macarrão nos países ocidentais é amplo e vem crescendo anualmente. O Brasil ocupa a nona posição em consumo *per capita*/ano com uma quantidade de 4,35 kg, valor seis vezes menor quando comparado ao primeiro lugar, a Itália, com 26,12 kg. Apesar do país não ter uma representatividade tão grande em consumo, é a quarta nação em vendas com um total de 0,889 milhões de toneladas vendidas no ano de 2015 (ABIMAPI, 2015).

O grande interesse nutricional nas massas alimentícias pode ser atribuído a sua composição específica, obtida após modificações efetivas na estrutura nos seus dois principais componentes o amido e as proteínas (PETITOT et al., 2009). O teor proteico das formulações tradicionais de macarrão gira em torno de 11 a 15%. Porém, o macarrão não é um alimento balanceado, devido à baixa quantidade de lipídios e fibras alimentares, e mesmo com quantidade suficientemente representativa de proteínas, as

mesmas são de baixo valor biológico, como exemplo a insuficiência no conteúdo de lisina (GIMENEZ et al., 2012).

O processo produtivo da massa alimentícia consiste em quatro passos fundamentais: a hidratação das farinhas de matéria prima, originalmente a semolina, a mistura, a moldagem da massa e a secagem. Durante a mistura a água é dispersa pela massa, uniformemente, promovendo a hidratação homogênea das partículas de semolina (PETITOT et al., 2009). Como resultado desta hidratação os grânulos de amido são aprisionados em uma matriz de proteínas amorfa, a porção limitada de amido disponível para hidratação, pode formar uma rede com emaranhamento transiente (BRUNEEL et al., 2010). Desta forma a quantidade de água deve ser suficiente para transformar a matéria prima em uma massa homogênea.

Na etapa de moldagem as massas alimentícias podem passar pelos processos de extrusão (mais utilizado) e laminação. A extrusão é composta por um cilindro fixo com um parafuso giratório, a rotação pressiona a massa contra uma matriz, adquirindo a forma final. O processo de laminação ocorre através do amassamento por compressão da massa alimentícia entre dois cilindros rotativos até obtenção de lâmina conforme espessura desejada, posteriormente a pasta é trefilada em pares de cilindros menores conforme comprimento e largura desejados (PETITOT et al., 2009).

Durante o processo de moldagem há na massa o desenvolvimento da rede de glúten, oriundo do trigo, originalmente utilizado no processamento de massas alimentícias. Na farinha de trigo, a glutenina é a responsável pela formação dessas redes na massa em moldagem; as redes formadas são transitórias e surgem através do emaranhamento de polímeros formados de subunidades de glutenina e também por reações dinâmicas de tiol-dissulfureto (VERAVERBEKE; DELCOUR, 2002). Nessa fase do processo, o outro componente da rede de glúten, a gliadina, não participa da formação da rede, pois é um componente de natureza globular, interferindo diretamente na viscosidade relacionada a rede de glúten de acordo com Bruneel et al. (2010).

Originalmente as massas alimentícias são secas em temperaturas baixas, porém o uso de altas temperaturas tem sido muito utilizado, devido à redução no tempo de processo e combate à esporulação microbiológica. As condições de secagem são caracterizadas como: baixa, em temperaturas em torno de 50°C; alta, com temperaturas ao redor de 70°C e; muito alta, com temperaturas acima de 85°C (OGAWA; ADACHI, 2014). A qualidade das massas secas a baixas temperaturas depende diretamente das características intrínsecas da matriz de ingredientes, já para a secagem em altas

temperaturas a técnica modifica a estrutura da matéria prima e melhora a qualidade tecnológica das massas independente da qualidade das matérias primas conforme descrito por Stefanis e Sgrulleta (1990).

É extremamente importante o mecanismo do transporte interno de água pela massa fresca no procedimento de secagem, pois a evaporação da água líquida contribui para o aumento do gradiente de pressão, conduzindo assim a um perfil menos pronunciado de umidade quando comparado a um modelo de difusão ideal. A predição da umidade interna na massa alimentícia constitui de um grande passo para predição da formação de fissuras na estrutura matricial do alimento. Para tanto são esperadas alterações e diferenças significativas na estrutura e propriedades mecânicas durante a transformação de estado amorfo para vítreo no processo de secagem, impactando na transferência de calor e massa no decorrer do procedimento (MERCIER et al., 2014).

O processo de secagem da massa deve ser gerenciado de maneira cautelosa, principalmente em altas temperaturas, de forma a garantir uma migração uniforme de água para as extremidades superficiais do alimento e prevenir a formação de barreiras que causem estresse difusional na amostra em secagem de acordo com Piwnska et al. (2015).

Em geral, uma massa alimentícia de qualidade é considerada a partir dos valores de tempo ótimo de cozimento, firmeza e baixa viscosidade. A quantidade e qualidade das proteínas presentes na formulação da pasta estão diretamente ligadas a estas propriedades. Além destes aspectos, a cor é um dos parâmetros mais críticos na aceitação desse tipo de alimento; onde o amarelado característico dos macarrões pode estar diretamente relacionado à degradação dos carotenoides da semolina (MIRHOSSEINI et al., 2015).

A partir de matérias primas de qualidade e do processamento correto é possível obter massas alimentícias com melhores padrões de cozimento, boa textura, resistência superficial à desintegração e com baixa perda de sólidos orgânicos na água de cozimento, restando uma estrutura firme e de baixa viscosidade como citado por Liu, Shepherd e Rathjen (1996) ao relacionarem as propriedades tecnológicas ideais para uma massa alimentícia de alta aceitabilidade.

A massa alimentícia é um ótimo modelo de veiculação alimentar na adição de ingredientes específicos, com intuito principal de enriquecimento nutricional, redução no risco de doenças e melhoria na saúde dos consumidores (MICELI et al., 2015). Muitos estudos têm sido desenvolvidos com a elaboração de massas alimentícias das

mais variadas fontes de farinha, que não as tradicionais de trigo. Foram desenvolvidas massas a partir de farinha desengordurada de soja, farinhas de ervilha e grão de bico, farinha de maracujá, e etc. (MARIUSSO, 2008; BEM et al., 2012, FOGAGNOLI; SERAVALLI, 2014).

Atualmente, o principal intuito da criação de massas alimentícias não convencionais, é a melhoria na digestibilidade, principalmente para os portadores de doença celíaca, algumas pessoas com uma manifestação genética específica contêm esta doença, onde o glúten, presente tradicionalmente nas massas, causa o mau funcionamento do intestino (JUSZCZAK et al., 2012). Sendo assim, segundo Larrosa et al. (2016) a eliminação do glúten das massas alimentícias pode ser feito através da troca da farinha tradicional de trigo, por farinhas que apresentem características tecnológicas semelhantes a esta.

A produção de novos tipos de massas, com matérias primas não convencionais, têm não somente o interesse nutricional, mas segundo Fiorda et al. (2013) também está relacionada com a redução do custo no processamento e matérias primas, com a ampliação na utilização de outros ingredientes amplamente disponíveis, aproveitamento de resíduos e redução dos impactos ambientais causados pela liberação destes resíduos ao meio ambiente.

3 OBJETIVOS

3.1 Objetivo geral

O objetivo deste trabalho é determinar as características tecnológicas e estruturais, de farinhas de coprodutos da industrialização do milho, por via úmida, possibilitando o uso destas como ingredientes, no processamento de alimentos.

3.2 Objetivos específicos

Como objetivos específicos têm-se:

- Caracterizar as propriedades físicas, químicas e microbiológicas dos coprodutos *in natura* da industrialização do amido e das farinhas elaboradas a partir destes;
- Definir o comportamento térmico, propriedades de pasta e isothermas de sorção das farinhas obtidas a partir dos coprodutos secos;
- Ajustar as curvas de sorção a modelos matemáticos já existentes;
- Avaliar a melhor formulação para massas alimentícias a partir da aceitação sensorial e análises tecnológicas das mesmas;
- Analisar a interferência nas características tecnológicas, estruturais, viscoamilográficas e térmicas, de diferentes temperaturas de secagem aplicadas às massas alimentícias desenvolvidas com as farinhas dos coprodutos.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Material

As amostras de coprodutos da industrialização de milho (matéria-prima) foram doadas pela empresa FEBELA Agroindustrial Ltda., situada na cidade de Bela Vista de Goiás, Goiás, Brasil; oriundos do processamento de moagem via úmida do milho, o primeiro dos coprodutos apresenta semelhança ao farelo de milho convencional, obtido na separação de resíduos da moagem, com perfil fibroso; o segundo coproduto apresenta a característica de polpa emulsionada, sendo obtido da centrifugação para separação de amido, com perfil proteico/gorduroso; ambos resíduos de caráter úmido. A figura 3 apresenta os coprodutos *in natura* conforme obtidos.

Figura 3. Amostras úmidas de coprodutos de milho. A) Coproduto de milho semelhante a farelo convencional de milho úmido; B) Coproduto de milho com característica de polpa emulsionada.

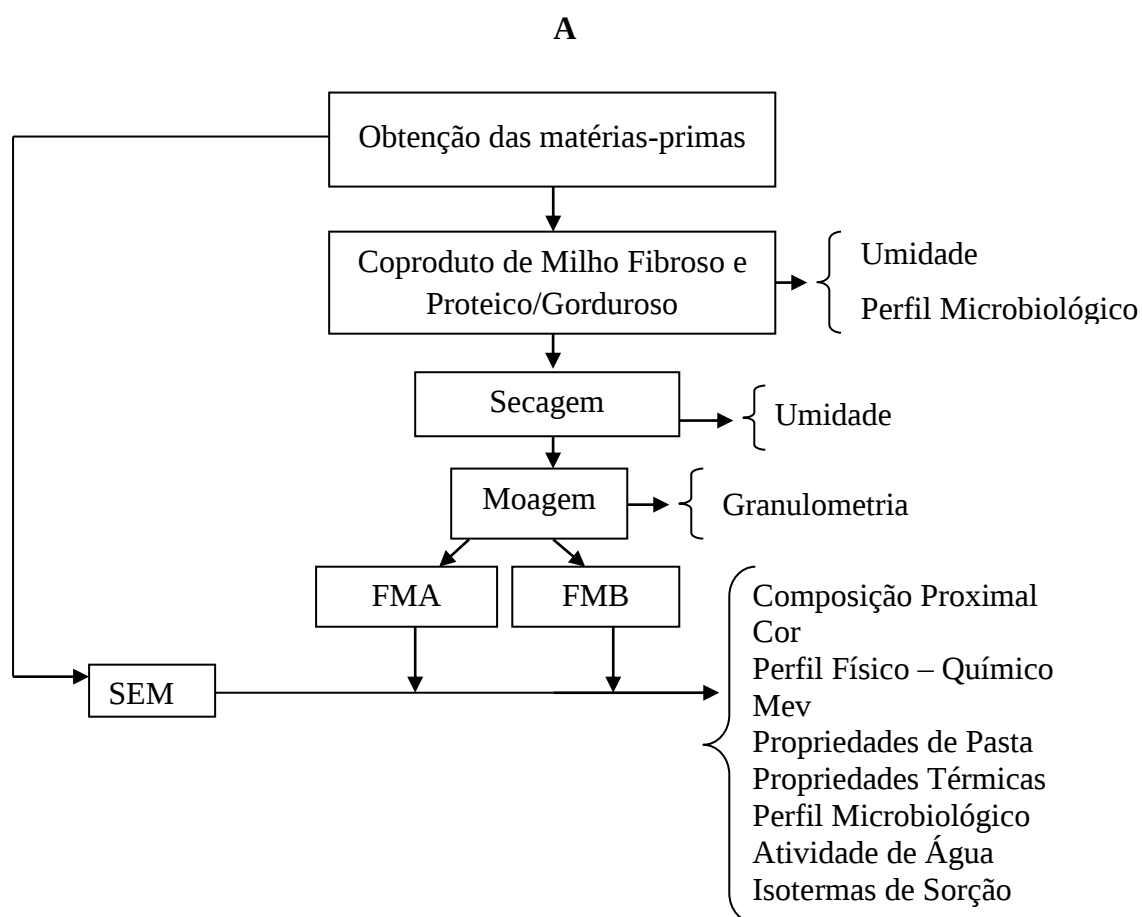


A semolina (SEM) utilizada na elaboração das massas alimentícias foi doada pela empresa Moinho Vitória situado na cidade de Goiânia, Goiás, Brasil. O ovo em pó, da marca Luz Alimentos, utilizado nas formulações foi adquirido em comércio local da cidade de Goiânia, Goiás, Brasil.

4.2 Métodos

O experimento foi dividido em duas etapas, conforme figura 4. Na etapa 1 foram elaboradas as farinhas referentes aos coprodutos de milho, através dos processos de secagem, moagem e padronização de granulometria. Foram posteriormente avaliados os padrões físico-químicos, perfil microbiológico, propriedades de pasta, propriedades de sorção e propriedades térmicas dessas farinhas. Na etapa 2 foram desenvolvidas formulações de massas alimentícias com a utilização das farinhas obtidas dos coprodutos, adicionadas de semolina (SEM) e ovo em pó.

Foi utilizado o delineamento de mistura com variação das porcentagens em concentração de semolina, farinha de coproduto de milho fibrosa (FMA) e farinha de coproduto de milho proteico/gordurosa (FMB). Através da avaliação das propriedades tecnológicas das massas alimentícias obtidas e a utilização de teste de desejabilidade foi determinada a formulação ideal. A formulação selecionada foi avaliada quanto ao perfil microbiológico, composição proximal e aceitação sensorial. Para confirmação das características da massa selecionada foi realizada a validação dos modelos através da análise de dispersão por teste t de Student ($p < 0,05$).



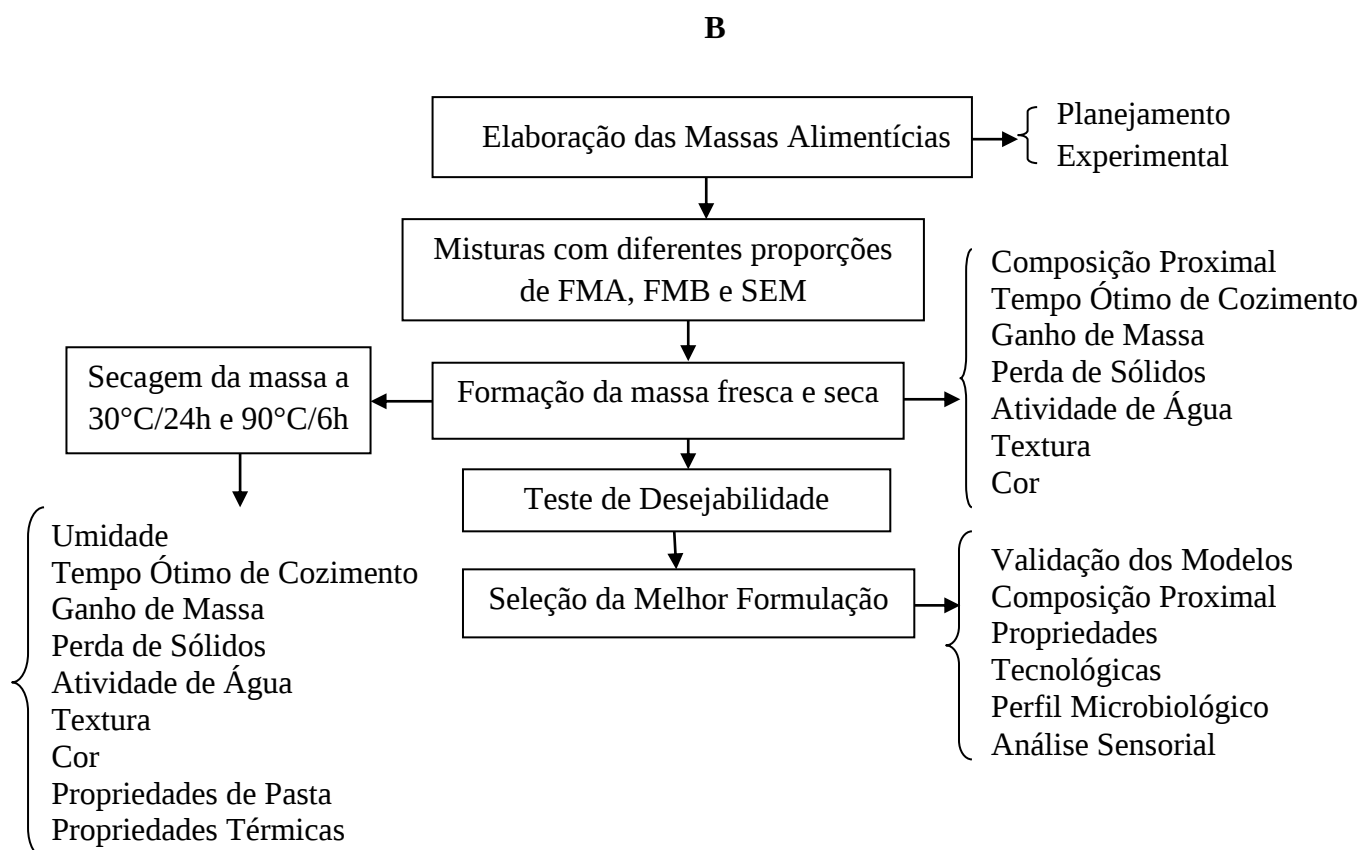


Figura 4. Fluxograma das etapas do experimento. A) Produção das farinhas dos coprodutos da moagem via úmida do milho. B) Produção de massa alimentícia com misturas de farinha de milho fibrosa (FMA), farinha de milho proteico/gordurosa (FMB) e semolina (SEM).

4.2.1 Coleta, e caracterização das matérias primas *in natura* e pós-secagem

4.2.1.1 Coleta e armazenamento

As amostras dos coprodutos foram coletadas em sacos de polietileno de baixa densidade, em diferentes datas, identificadas e armazenadas em caixas isotérmicas com gelo para manutenção da temperatura e em seguida foram transportadas ao Laboratório de Aproveitamento de Resíduos e Subprodutos Agroindustriais (LABDARSA) da Escola de Agronomia da Universidade Federal de Goiás – Campus Samambaia (EA/UFG), onde foram procedidas todas as análises.

Os coprodutos foram imediatamente desidratados em bandejas de estufa de circulação forçada (TECNAL, TE-394/4, Piracicaba-SP, Brasil) em temperatura constante de 55°C durante o período de 24 horas, ou até que fosse alcançado o conteúdo

de umidade de $14\text{g } 100\text{g}^{-1}$. Os produtos secos foram moídos em moinho de facas (TRAPP, TRF90 Júnior, Jaraguá do Sul-SC, Brasil), com peneira 30 *mesh* obtendo-se a farinha de milho fibrosa (FMA), farinha de milho proteico/gordurosa (FMB).

As farinhas foram padronizadas em 30 *mesh* e acondicionadas em sacos de polietileno de alta densidade em diferentes porções e congelados para uso posterior em análise e desenvolvimento das massas alimentícias experimentais.

4.2.1.2 Composição proximal e análises físico-químicas das matérias primas

4.2.1.2.1 Composição proximal

Foram avaliadas quanto à composição proximal a semolina e as farinhas após secagem. As análises foram realizadas em três repetições em triplicata para cada amostra, através da determinação dos conteúdos de umidade (método 930.15), resíduo mineral fixo (RMF) (método 942.05), extrato etéreo total (EET) (método 920.39), teor de proteínas (PTN) (método 990.03), fibra alimentar total, solúvel e insolúvel (método 985.29) conforme padrão AOAC (2016), os carboidratos (CHO) totais foram calculados de acordo com a diferença demonstrada na equação 1. O valor energético total (VET) foi calculado conforme equação 2, e o resultado final obtido foi convertido e expresso em kJ g^{-1} (AOAC, 2016). As análises físico químicas de acidez total titulável e potencial hidrogeniônico (Potenciômetro Digital, TECNAL, TEC-51, Piracicaba-SP, Brasil) também foram realizadas para os farelos e semolina.

$$\text{Carboidratos Totais} = 100 - (\% \text{Umidade} + \% \text{RMF} + \% \text{EET} + \% \text{PTN}) \quad (\text{Equação 1})$$

$$\text{VET} = (\% \text{PTN} \times 4,0 \text{ kcal.g}^{-1}) + (\% \text{CHO} \times 4,0 \text{ kcal.g}^{-1}) + (\% \text{EET} \times 9,0 \text{ kcal.g}^{-1}) \quad (\text{Equação 2})$$

4.2.1.2.2 Índice de peróxido

A partir do procedimento de secagem à 55°C , foi realizada a avaliação do nível de oxidação dos resíduos *in natura* e pós secagem através da determinação do índice de peróxido, conforme método nº Cd 8b-90 da AOCS (1991), com o intuito de verificar se o processo de secagem influenciou na degradação lipídica das farinhas oriundas dos coprodutos.

4.2.1.2.3 Índice de absorção e solubilidade em água

O índice de absorção de água (IAA) e solubilidade em água (ISA) foram determinados conforme metodologias descritas por Anderson et al. (1969). Em tubos para centrífuga, previamente tarados, foram colocados aproximadamente 2,5g de amostra peneirada e padronizada em 60 *mesh*, e adicionados 30 ml de água destilada à temperatura de $25\pm 3^{\circ}\text{C}$, sendo homogeneizados individualmente após a adição de água em agitador *vortex*.

Os tubos foram dispostos para agitação em banho Dubnoff (TECNAL, TE-0532, Piracicaba-SP, Brasil), durante 30 min em banho maria na temperatura de $25\pm 3^{\circ}\text{C}$, ou $95\pm 1^{\circ}\text{C}$ para avaliação do grau de inchamento das farinhas. Em seguida foram centrifugados (TG16-WS, Shanghai, China), a 5000 rpm por 10 min. Do sobrenadante líquido superior no tubo foram retiradas alíquotas de 10 ml e depositadas em placas de alumínio previamente taradas, e levadas a estufa a $105^{\circ}\text{C}/16$ horas. Após este período as placas foram retiradas e resfriadas devidamente em dessecador e posteriormente pesadas em balança analítica para determinação do ISA conforme equação 3. A diferença de massa (g) foi multiplicada por três, sendo o valor obtido o resíduo da evaporação.

$$\text{ISA} = \frac{M_{\text{RE}}}{M_{\text{A}}} \times 100 \quad (\text{Equação 3})$$

No qual:

ISA = Índice de solubilidade em água ($\text{g } 100\text{g}^{-1}$)

M_{RE} = Massa do resíduo da evaporação (g)

M_{A} = Massa da amostra em base seca (g)

O líquido restante do tubo foi cuidadosamente removido, e o gel remanescente residual da centrifugação, foi juntamente com o tubo pesado para determinação do IAA (Equação 4).

$$\text{IAA} = \frac{M_{\text{RC}}}{M_{\text{A}} - M_{\text{RE}}} \quad (\text{Equação 4})$$

Onde:

IAA = Índice de absorção de água em matéria seca [g de gel (g de matéria seca)⁻¹]

M_{RC} = Massa do resíduo da centrifugação (g)

M_A = Massa da amostra em base seca (g)

M_{RE} = Massa do resíduo da evaporação (g)

4.2.1.2.4 Capacidade de absorção de óleo

A análise de capacidade de absorção de óleo (CAO) foi realizada segundo procedimento de Anderson et al. (1969), através da adaptação da análise, onde na utilização de água para o índice de absorção de água, esta foi substituída por óleo. Para o cálculo da capacidade de absorção de óleo, divide-se a massa do resíduo da centrifugação pela massa da amostra em base seca, obtendo-se assim, a massa (g) de gel absorvido de óleo pela massa (g) de matéria seca.

4.2.1.2.5 Parâmetros instrumentais de cor

Foram estabelecidos parâmetros de cor L*, a*, b* determinados segundo o sistema CIELab com uso de colorímetro (Konica Minolta, CR-10, Ramsey, EUA) (HUNTERLAB, 1998). Foi realizado também o procedimento de avaliação do croma e °Hue segundo Almeida (2004), conforme as equações 5 e 6 respectivamente.

$$\text{Croma} = \sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2} \quad (\text{Equação 5})$$

$$^\circ\text{Hue} = \tan^{-1} \left(\frac{b^*}{a^*} \right) \quad (\text{Equação 6})$$

Para cada amostra de farinha (FMA e FMB) e semolina (SEM), foram realizadas dez medições em triplicata.

4.2.1.2.6 Atividade de Água

Para determinação da atividade de água (aw), foi utilizado aparelho analisador de bancada (Acqualab, CX-2, Washington, EUA) à temperatura constante de 25±3°C,

com medições nas amostras de farinhas e semolina em três repetições em triplicata. A análise foi realizada conforme a metodologia 978.18 da AOAC (2016).

4.2.1.2.7 Análise de propriedades de pasta

Foram determinados de acordo com metodologia 61.02.01 (AACC, 2012) para cada tratamento, o perfil visco-amilográfico das amostras, através de equipamento Rapid Visco Analyser (RVA 4500, Perten Instruments, Hägersten, Suécia) com os parâmetros de velocidade máxima de 960 rpm e velocidade para gelatinização em 160 rpm, temperatura máxima de 95°C e temperatura mínima de 50°C, utilizando padrão de umidade de 14% com 3,5g de amostra para 25 ml de água destilada. Os dados foram calculados através de software computacional (TCW3, *ThermoCline for Windows v3*, Sidney, Austrália) acoplado ao sistema RVA, obtendo através das curvas de viscosidade os valores de viscosidade de pico de gelatinização, estabilidade da pasta durante a cocção (*breakdown*), viscosidade final, endurecimento produzido pelo resfriamento a 50°C (*setback*), tempo de pico de gelatinização e temperatura de gelatinização.

4.2.1.2.8 Análise de propriedades térmicas

A análise do comportamento térmico das farinhas foi procedida de acordo com calorimetria diferencial de varredura (DSC Q20, TA Instruments, New Castle, EUA), em procedimento hermético, com fluxo de calor de -40 a 10Wg⁻¹ com variação de temperaturas de 40 a 160°C, com taxa variação de temperatura de 10°C/min, determinando os pontos de variação de entalpia de gelatinização (ΔH_{Gel}); temperaturas de pico inicial (T_{onset}), temperatura de gelatinização (T_{Gonset}), temperatura final de gelatinização (T_{Gend}) e variação de capacidade calorífica de gelatinização (ΔC_p).

4.2.1.2.9 Microscopia Eletrônica de Varredura

A análise estrutural das farinhas foi realizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), em microscópio eletrônico de varredura (Jeol, JSM - 6610, Peabody, EUA), com amostras totalmente secas em estufa a 105°C/24h. O tempo de decomposição de ouro nas amostras foi de 98 seg, formando uma camada de 15 nm

sobre o material (GOLDSTEIN et al., 1992). Foram analisados os perfis de grânulos de amido e estrutura geral das farinhas fibrosa e proteico gordurosa com magnitudes de aumento de 150x, 1500x, 1700x e 2000x; e para semolina nas magnitudes de aumento de 250x, 1500x e 2000x.

4.2.2 Isotermas de sorção

As isotermas de sorção foram obtidas através do determinador eletrônico de isotermas (ACQUASORP, Isotherma Generator, Washington, USA). Foram utilizadas amostras uniformes de cada farinha (FMA e FMB) pós secagem nas temperaturas de 20, 30 e 40°C com metodologia de determinação por ponto de orvalho (*Dynamic Dewpoint Isotherm*) de acordo com método oficial 978.18 da AOAC (2016), em que se analisou as curvas de adsorção e dessorção.

A modelagem matemática do comportamento de sorção foi adotada para 9 modelos (BET, GAB, Oswin, Peleg, Chirife, Smith, Halsey, Langmuir e Chen), estes (Tabela 2) foram escolhidos por apresentarem representatividade em alimentos de caráter farináceo conforme demonstrado por Andrade (2011).

Tabela 2. Modelos matemáticos selecionados para avaliação do ajuste de comportamento das isotermas de adsorção e dessorção de farinha fibrosa (FMA) e farinha proteico/gordurosa (FMB), nas temperaturas de 20, 30 e 40°C.

Nome do Modelo	Equação
BET	$M_w = \frac{M_0 C a_w}{(1 - a_w)(1 + (C - 1)a_w)}$
Oswin	$M_w = C \left(\frac{a_w}{1 - a_w} \right)^n$
Halsey	$M_w = \left(-\frac{C}{\ln a_w} \right)^{\frac{1}{n}}$
GAB	$M_w = \frac{M_0 C K a_w}{(1 - K a_w)(1 - K a_w + C K a_w)}$
Peleg	$M_w = C_1 a_w^{C_3} + C_2 a_w^{C_4}$

(Continua)

(Continuação)

Chirife & Iglesias	$M_w = \exp (A + B \cdot \ln[C - \ln a_w])$
Smith	$M_w = A + (B \cdot \log[1 - a_w])$
Langmuir	$M_w = \frac{M_0 C a_w}{1 + (C a_w)}$
Chen	$a_w = \exp(k + (A e^{B M_w}))$

Fonte: ANDRADE et al (2011), PARK et al (2008).

4.2.3 Produção de massas alimentícias

As massas alimentícias foram preparadas a partir da mistura FMA, FMB e SEM, com adição de 74 ml de água destilada e 12,5 g de ovo em pó pasteurizado e desidratado, adicionados a cada cem gramas de matéria seca da mistura de farinhas.

4.2.3.1 Delineamento experimental de misturas do ensaio

Utilizou-se o delineamento de misturas (BARROS et al., 2010) para elaboração de macarrão tipo talharim, com a variação das matérias primas: 1) Farinha obtida de coproduto característico de farelo fibroso (FMA), 2) Farinha obtida de coproduto característico de massa proteico/gordurosa (FMB), 3) Semolina. As concentrações mínimas e máximas de cada componente foram estabelecidas em testes preliminares e estão apresentadas na tabela 3.

Tabela 3. Concentrações mínimas e máximas determinadas para farinha de milho fibrosa (FMA), farinha de milho proteico/gordurosa (FMB) e semolina (SEM) nas formulações de massa alimentícia.

Componente	Mínimo (%m/m)	Máximo (%m/m)
FMA	10	25
FMB	10	25
SEM	50	70

A partir dos valores mínimos e máximos foram determinadas as concentrações em pseudocomponentes conforme equação 7. Os pseudocomponentes foram utilizados para

visualização dos efeitos das variáveis independentes (quantidade de ingredientes) sobre as variáveis independentes (características tecnológicas das massas alimentícias) nos modelos e curvas de nível resposta de cada delineamento.

$$x_i = \frac{c_i - a_i}{1 - \sum_{i=1}^q a_i} \quad (\text{Equação 7})$$

Onde:

$0 \leq a_i \leq C_i$;

$\sum_{i=1}^q a_i < 1$;

$i = 1, 2, 3, \dots, q$;

x_i = teor do componente, em termos de pseudocomponente;

c_i = proporção real do componente;

a_i = limite mínimo não-nulos da concentração do componente.

Assim os ingredientes em estudo puderam ser expressos em pseudocomponentes utilizando a equação 7, obtendo-se a equação 8, para FMA e FMB e a equação 9 para SEM.

$$X_{FMA} = X_{FMB} = \frac{C(\text{FMA ou FMB}) - 0,1}{1 - 0,7} \quad (\text{Equação 8})$$

$$X_{SEM} = \frac{C_{sem} - 0,5}{1 - 0,7} \quad (\text{Equação 9})$$

Nos quais:

X = teor do componente, em termos de pseudocomponente;

C = proporção real do componente.

O planejamento experimental com os teores determinados para cada ingrediente em concentração real e pseudocomponentes estão apresentados na tabela 4. Conforme delineado foram estabelecidas 6 formulações com duas repetições na formulação F6 (experimentos F7 e F8), para cálculo do erro experimental. O processamento das massas alimentícias foi realizado de forma inteiramente casualizada.

Tabela 4. Planejamento experimental para estudo do efeito das farinhas de milho oriundas dos coprodutos, FMA e FMB, e semolina nas propriedades tecnológicas de massas alimentícias experimentais. Valores em concentrações reais (g do componente por 100 g de mistura) e pseudocomponentes.

Experimento	Proporções dos ingredientes na mistura ternária					
	Concentrações Reais			Pseudocomponentes		
	SEM (c1)	FMA (c2)	FMB (c3)	SEM (X1)	FMA (X2)	FMB (X3)
F1	0,70	0,20	0,10	0,67	0,33	0
F2	0,65	0,25	0,10	0,50	0,50	0
F3	0,50	0,25	0,25	0	0,50	0,50
F4	0,70	0,10	0,20	0,67	0	0,33
F5	0,65	0,10	0,25	0,50	0	0,50
F6	0,64	0,18	0,18	0,47	0,27	0,27
F7	0,64	0,18	0,18	0,47	0,27	0,27
F8	0,64	0,18	0,18	0,47	0,27	0,27

Fonte: STATSOFT (2007)

$X1+X2+X3 = 1$ ou 100%

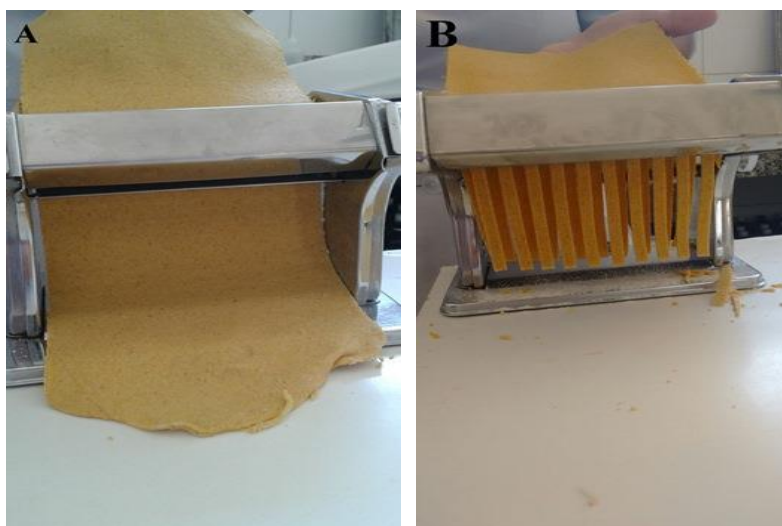
4.2.3.2 Processamento de massas alimentícias

Em adição à mistura ternária das farinhas e semolina, foram acrescentados para cada formulação 12,5 g de ovo em pó pasteurizado desidratado, e 74 ml de água destilada em cada 100g de amostra seca de mistura. A moldagem foi feita em cilindro moldador (Imperia, Lusso-SP150, Pescara, Italy), até espessura de 2,5 mm. Após a massa moldada, foi cortada em formato talharim com 5,2 mm de largura, em trefila, e 20 cm de comprimento, cortados manualmente (Figura 5 A e B). Para cada formulação foram realizadas três repetições.

Os fios de massa alimentícia foram separados em dois grupos. O primeiro grupo foi posto em bandejas de secagem e secos a temperatura de 30°C por 24 horas (secagem de baixa temperatura - LT) alcançando umidade em torno de 8,0 g100g⁻¹. O segundo grupo foi seco a temperatura de 90°C por 6 horas (secagem e altíssima temperatura – VHT) até obtenção de teor de umidade em torno de 8,0 g100g⁻¹. As massas alimentícias foram secas em estufa de circulação forçada de ar (TECNAL, TE, 394/4, Piracicaba-SP, Brasil). Foram utilizadas diferentes temperaturas de secagem para avaliação da

influência destas temperaturas nas propriedades tecnológicas, estruturais, térmicas e viscoamilográficas das massas experimentais.

Figura 5. Cilindro moldador de massa alimentícia das amostras experimentais tipo talharim (A), trefilação da massa alimentícia experimental (B).



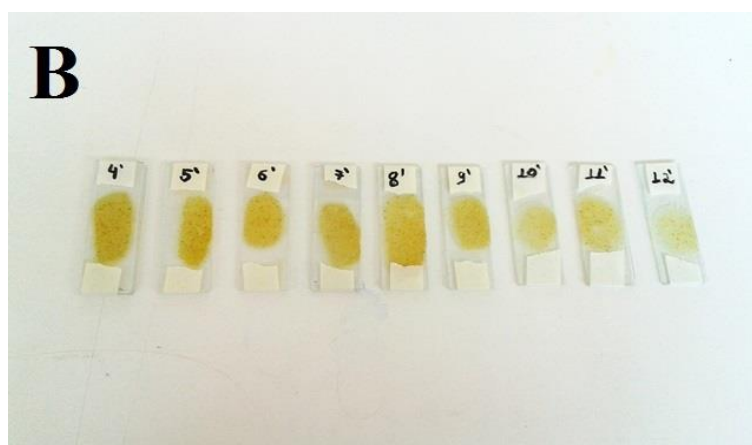
4.2.3.3 Propriedades tecnológicas dos macarrões

As análises tecnológicas de tempo ótimo de cozimento, ganho de massa e perda de sólidos das massas alimentícias foram realizadas no Laboratório de Aproveitamento de Resíduos e Subprodutos Agroindustriais (LABDARSA) da Escola de Agronomia da Universidade Federal de Goiás – Campus Samambaia (EA/UFG). Todas as análises foram realizadas em três repetições em triplicata.

4.2.3.3.1 Tempo Ótimo de Cozimento

O tempo ótimo de cozimento (TOC) é o tempo gasto para que o centro da massa se torne esbranquiçado ou translúcido, explicitando a gelatinização total do amido da massa. A análise foi realizada conforme procedimento do método 16-50 da AACC (2000), com o cozimento de 10g de amostra em 140 ml de água destilada em ebulição, em placa de aquecimento (TECNAL, TE-0851, Piracicaba-SP, Brasil). O TOC foi determinado em minutos pela compressão do produto cozido entre duas lâminas de vidro, até o desaparecimento do eixo central conforme figura 6. Foram retiradas amostras a cada 1 minuto até a finalização do cozimento.

Figura 6. Análise de tempo ótimo de cozimento. A) Procedimento de cocção, B) Metodologia de compressão entre placas até desaparecimento do eixo central.



4.2.3.3.2 Perda de sólidos

A perda de sólidos quantifica a quantidade de sólidos perdidos na água de cozimento, foi determinada pela evaporação de 25 mL da água de cozimento em estufa (TECNAL, TE-394/3, Piracicaba-SP, Brasil) a 105°C até manutenção de peso constante, conforme metodologia estabelecida pelo método 66-50 da AACC (2000). Os resultados foram expressos em porcentagem.

4.2.3.3.3 Ganho de massa

O ganho de massa foi determinado conforme método 66-50 (AACC, 2000), 10 gramas de amostra foram cozidas em 140 ml de água destilada durante o tempo ótimo de cozimento de cada formulação experimental. A água de cozimento é drenada e a amostra mantida até a temperatura ambiente e então pesada em balança analítica. A equação 10 apresenta a metodologia para o cálculo do ganho de massa.

$$\text{Ganho de massa (g } 100\text{g}^{-1}) = \frac{P_f - P_i}{P_i} * 100 \quad (\text{Equação 10})$$

Onde:

P_f = Peso da amostra drenada cozida

P_i = Peso da amostra antes do cozimento

4.2.3.3.4 Composição proximal e atividade de água

Os teores de umidade, resíduo mineral fixo, extrato etéreo total, proteínas, carboidratos totais e valor energético total foram determinados nas amostras frescas, em base seca, de massa alimentícia para todas as formulações experimentais e determinados de acordo com as metodologias apresentadas no item 4.2.1.2.1 do referente trabalho. A atividade de água foi realizada nas amostras frescas; e secas a 30 e 90°C após a moagem dos fios de macarrão com padrão de granulometria de 30 *mesh*. O procedimento de realização da análise se deu conforme item 4.2.1.2.6 do presente trabalho.

4.2.3.3.5 Parâmetros instrumentais de cor

A análise de cor foi realizada nas amostras de todas as formulações experimentais frescas e pós secagem nas temperaturas de 30 e 90°C para avaliação da influência da temperatura de secagem neste parâmetro. A metodologia adotada foi a mesma do item 4.2.1.2.5 deste trabalho.

4.2.3.3.6 Propriedades térmicas

As análises térmicas foram realizadas em todas as formulações experimentais secas a temperaturas de 30 e 90°C utilizando as amostras moídas, para avaliação da

influência da temperatura de secagem nestes comportamentos do alimento. A metodologia utilizada para a análise foi a apresentada no item 4.2.1.2.8 deste trabalho.

4.2.3.3.7 Propriedades de pasta

As propriedades viscoamilográficas foram analisadas para todas as formulações experimentais secas a temperaturas de 30 e 90°C utilizando as amostras moídas, para avaliação da influência da temperatura de secagem nestes comportamentos do alimento. As análises foram realizadas em triplicata. A metodologia utilizada para a análise foi a apresentada no item 4.2.1.2.7 deste trabalho.

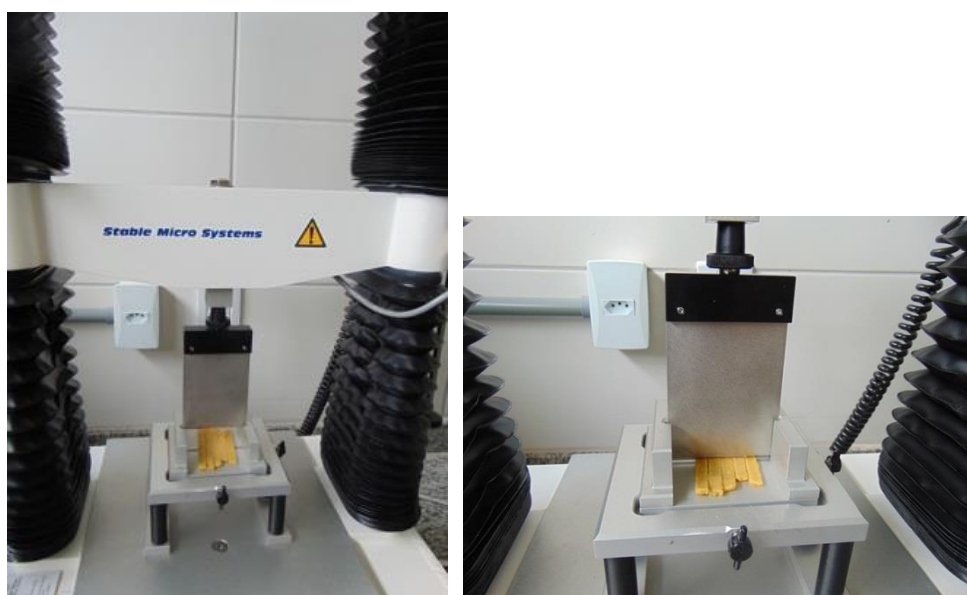
4.2.3.3.8 Propriedades estruturais

A análise estrutural foi realizada por microscopia eletrônica de varredura, nos perfis superficiais e corte longitudinal obtendo imagens da superfície externa das massas alimentícias e central das amostras. Os procedimentos adotados para realização das análises foram os mesmos do item 4.2.1.2.9 do presente trabalho.

4.2.3.3.9 Textura

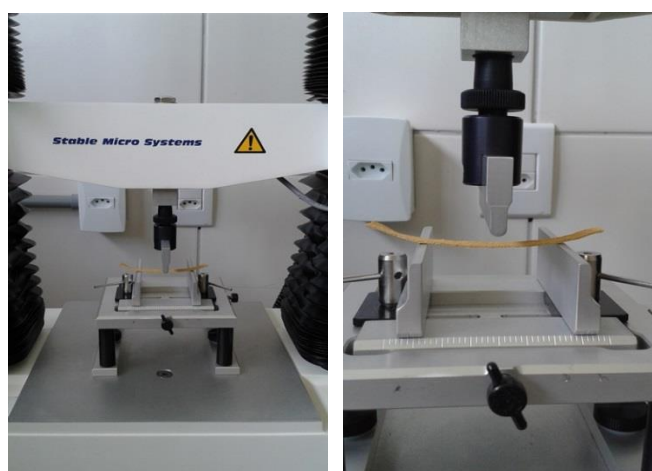
As amostras de massa alimentícia frescas e secas a 30 e 90°C foram cozidas e então analisadas quanto à firmeza, com modificação da metodologia 16-50 da AACC (2000). As amostras foram dispostas em cinco fios paralelos de aproximadamente 5cm em texturômetro, Texture Analyser TA.HD.plus (Stable Micro Systems, Surrey, Inglaterra), acoplado de lâmina de corte aparato de Warner-Blatzer (Figura 7), o teste foi realizado em modo de compressão com velocidade de pré-teste de 5 mm.s⁻¹, velocidade de teste de 0,25 mm.s⁻¹, e velocidade de pós-teste de 10 mm.s⁻¹, o modo alvo padronizado em distância no valor de 10 mm, a força do trigger estabelecida de 0,196N, e os resultados obtidos em Newton (N).

Figura 7. Análise de firmeza em massa cozida, teste de Warner-Blatzer.



Nas amostras de massas alimentícias secas também foi realizada a análise de teste de quebra 3-point-bending (Figura 8), com o intuito de avaliar o comportamento da dureza e fraturabilidade dos fios secos em relação a cada temperatura de secagem, conforme metodologia adotada por Mariotti et al. (2011), os fios secos com aproximadamente 15 centímetros foram dispostos em dispositivo (HDP/3PB), com perfil de análise de compressão, velocidade de teste de 10 mms^{-1} , velocidade de pré-teste de $0,25 \text{ mms}^{-1}$, e velocidade de pós-teste de 10 mms^{-1} , modo alvo padronizado em distância de 10 mm e trigger force de 0,490 N.

Figura 8. Análise de quebra em massa seca, teste 3-point-bending.



4.2.4 Análises microbiológicas

As análises do perfil microbiológico das amostras seguiram a metodologia conforme estabelecido por pela Associação de Saúde Pública Americana (APHA, 2001) foram realizadas nos resíduos úmidos, farinhas obtidas dos coprodutos secos, semolina e nas massas alimentícias experimentais utilizadas em análise sensorial. Foram avaliados qualitativamente e quantitativamente o perfil microbiológico de *Bacillus Cereus* por grama de amostra, Coliformes termotolerantes por grama de amostra e *Salmonella sp.* por grama de amostra, Estafilococos por grama de amostra e também as contagens de bolores e leveduras de acordo com os níveis aceitáveis estabelecidos nos grupos 10a e 10b da RDC nº12/2001 (BRASIL, 2001).

4.2.5 Análise sensorial

A análise sensorial foi realizada com um painel de 50 provadores não treinados, onde os mesmos analisaram os parâmetros de cor, sabor, odor, textura e avaliação global das massas alimentícias com maior teor de fibra e de proteína, e massa alimentícia selecionada pelo teste de desejabilidade. Os perfis de aceitação que avaliaram estavam de acordo com escala hedônica de nove pontos sendo os atributos ‘1’ desgostei extremamente, ‘5’ indiferente e ‘9’ gostei extremamente; juntamente com a análise de aceitação foi avaliada a intenção de compra do produto pelo julgador de acordo com Stone e Sidel (1992).

Os testes foram realizados em laboratório de análise sensorial da Escola de Agronomia da Universidade Federal de Goiás – Campus Samambaia (EA/UFG), com consumidores adultos de ambos o sexo com faixa etária de 18 a 65 anos, excluindo-se os pertencentes ao grupo de risco como alérgicos a qualquer dos componentes da composição da amostra, gestantes, idosos e portadores de patologias relacionadas ao consumo do alimento. Foi exigido ao participante a leitura e preenchimento do Termo de Consentimento e Livre Esclarecimento, conforme o Comitê de Ética em Pesquisa UFG sob parecer aprovado (nº 1.143.426/15).

As amostras foram servidas após seu tempo ótimo de cozimento, em porções de 25g em temperaturas em torno de 50 a 60°C, e acompanhadas de molho de tomate.

4.2.6 Análises estatísticas

4.2.6.1 Composição Proximal

As análises estatísticas da composição proximal das matérias primas e formulações experimentais de massa alimentícia e propriedades de secagem foram realizadas através de análise de variância, em delineamento inteiramente casualizado (DIC), em três repetições em triplicata para cada amostra, com posterior aplicação de teste de médias de Tukey ($p < 0,05$), para análise de comparação de médias entre as amostras. Os dados foram analisados através do software SISVAR versão 5.6 (DEX/UFLA, Lavras-MG, Brasil).

4.2.6.2 Modelagem matemática de isotermas de sorção

A determinação do modelo mais adequado às isotermas de sorção foi realizada através do Software Statistica versão 7.0 (STATSOFT, 2007, Tulsa, EUA). Com os dados experimentais obtidos foi possível calcular os valores adimensionais dos coeficientes dos respectivos modelos selecionados, sendo realizada a análise de estimativa não linear. Para estabelecimento do procedimento de análise estatística foi utilizado o passo a passo disponível no Apêndice A.

Os critérios adicionais para avaliação estatística de erros, para melhor ajuste dos modelos matemáticos das isotermas de sorção foram o coeficiente de correlação linear (R^2), valor do Qui-quadrado reduzido (χ^2), raiz do quadrado médio do erro (RQME) e erro médio em relação de porcentagem (P), demonstrados nas equações 11, 12 e 13 respectivamente.

$$\chi^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (AU_{exp,i} - AU_{pre,i})^2}{N-z} \quad \text{(Equação 11)}$$

$$RQME = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (AU_{pre,i} - AU_{exp,i})^2} \quad \text{(Equação 12)}$$

$$P = \frac{100}{N} \sum_{i=0}^N \frac{|AU_{exp,i} - AU_{pre,i}|}{AU_{exp,i}} \quad (\text{Equação 13})$$

Onde:

χ^2 = Qui-quadrado reduzido;

$RQME$ = Raiz do Quadrado Médio do Erro;

P = Erro médio em relação de porcentagem;

$AU_{exp,i}$ = Adimensional de Umidade observado experimentalmente;

$AU_{pre,i}$ = Adimensional de Umidade predito pelo modelo;

N = número de pontos experimentais;

z = número de coeficientes e constantes

A partir dos dados preditos, observados e residuais, foi elaborada uma planilha de trabalho no software Excel (Microsoft, Redmond, EUA), para FMA e FMB em cada temperatura de análise, com abas separadas para cada um dos 9 modelos selecionados para ajuste. Para cada fator estatístico avaliado, foram estratificados em ordem crescente de acordo com a Regra de Distribuição de Frequências de Sturges (STURGES, 1926), em que cada distribuição em questão posteriormente foi, linearizada e quantificada por *scores* através da interpolação de valores, onde quanto menor o *score* melhor o ajuste do modelo para o parâmetro analisado.

A interpolação dos valores foi realizada através da atribuição de *score* 0 para o valor mínimo dentro da distribuição de frequência em cada faixa, e 1 para o valor máximo no mesmo enquadramento. Desta forma os valores encontrados para cada fator estatístico foram interpolados entre as distribuições mínimas e máximas de forma linearizada, obtendo o *score* específico para cada faixa analisada.

O procedimento foi realizado individualmente para cada fator estatístico, sendo realizado posteriormente o somatório dos *scores* de cada experimento. A partir do menor valor de somatório para cada modelo, estes foram comparados, sendo então selecionados os modelos que apresentavam menores valores, considerando os quatro fatores estatísticos de ajuste do experimento, como os mais adequados ao experimento.

Em caso de adequação por equalização de somatório de *scores* em mais de um modelo ao experimento, o fator de desvio residual, entre os valores observados e preditos, também foi utilizado como parâmetro de escolha para o modelo, sendo selecionado o modelo cujo padrão residual apresentou menor variabilidade em relação

aos desvios experimentais. A validação da metodologia foi feita pelo uso do fator padronizado de desvio residual entre os valores observados e preditos, em cada modelo conforme (OYELADE et al., 2008). O cálculo para determinação do resíduo padronizado foi realizado com o uso da equação 14.

$$\text{Resíduo Padronizado} = \frac{(VE-VP)-\text{Média dos Resíduos}}{RQME} \quad (\text{Equação 14})$$

Onde:

VE = Valor da umidade de equilíbrio experimental

VP = Valor da umidade de equilíbrio predita pelo modelo

RQME = Raiz do quadrado médio do erro

A determinação do melhor modelo pelo uso do sistema de resíduo padronizado foi realizada pela com a análise do comportamento não aleatorizado e variância de erros, por correlação, constantes conforme utilizado por Togrul e Arslan (2007).

4.2.6.3 Delineamento experimental de mistura para massas alimentícias

As variáveis resposta (dependentes) avaliadas no experimento, a partir de elaboração das formulações de massa alimentícia, foram as propriedades tecnológicas de tempo ótimo de cozimento, perda de sólidos, ganho de massa, atividade de água, cor (L^* , a^* , b^* , cromat, °Hue) e firmeza. Cada resposta foi submetida a análise de variância (ANOVA), para avaliação de significância ($p \leq 0,05$), sendo estabelecidos os coeficientes de variação, determinação ajustado (R_{aj}^2) e a falta de ajuste para modelos matemáticos gerados para cada variável resposta.

A cada modelo matemático gerado, obteve-se curvas bidimensionais de resposta do delineamento de mistura conforme Barros et al. (2010). Através destas plotagens foram avaliados o comportamento tecnológico experimental para os pontos de máximo e mínimo em cada fator analisado, obtendo as áreas variáveis de concentração em pseudocomponentes para as formulações dentro destes aspectos.

Foi utilizado para a determinação do delineamento experimental de mistura, análise estatística, obtenção dos modelos matemáticos, plotagem das curvas de nível o software computacional STATISTICA versão 7.0 (STATSOFT, 2007, Tulsa, EUA).

4.2.6.4 Teste de Desejabilidade

Para seleção da amostra mais desejada foi realizado o teste de desejabilidade, a partir da função *response desirability profiling* do software estatístico. Este teste é utilizado para determinar as melhores condições de ajuste de um processo, tornando possível a otimização simultânea de múltiplas respostas, de forma que as melhores condições resposta são obtidas simultaneamente através da minimização, maximização ou especificação de valores nominais, dependendo da condição mais conveniente ao processo (WANG; WAN, 2009). Foram avaliadas as variáveis resposta de tempo ótimo de cozimento, ganho de massa, firmeza e cor (L^* , a^* , b^*). Onde a formulação experimental selecionada apresenta menor tempo ótimo de cozimento, ganho de massa em torno de 100% e perda de sólidos menor que 6% conforme dado por Hummel (1966), menor firmeza, maior luminosidade e menores valores das coordenadas de cor a^* e b^* . Para realização do teste foi utilizado o software computacional STATISTICA versão 7.0 (STATSOFT, 2007, Tulsa, EUA).

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados e discussões estão apresentados na forma de quatro artigos científicos:

Artigo 1. Desenvolvimento de farinhas de coprodutos da industrialização do milho: caracterização proximal, propriedades térmicas, viscoamilográficas, estruturais e perfil microbiológico.

Artigo 2. Proposta de metodologia numérica para seleção do melhor modelo matemático para determinação das propriedades de sorção de farinhas de coprodutos da industrialização do milho.

Artigo 3. Influência da mistura ternária das farinhas de milho fibrosa, proteico/gordurosa e semolina sobre a qualidade tecnológica, sensorial e microbiológica de massas alimentícias.

Artigo 4. Influência da temperatura de secagem nas propriedades de massas alimentícias obtidas da mistura de semolina e farinhas de coprodutos de milho.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AACC. American Association of Cereal Chemists. **Approved methods of the AACC**, St. Paul, 2000.

AACC. American Association of Cereal Chemists. **Approved methods of the AACC**, method 61.02.01 (pasting properties), St. Paul, Ed. 11, 2012.

ABIMAPI. Associação brasileira das indústrias de biscoitos, massas alimentícias e pães & bolos industrializados. **Estatísticas de Massas Alimentícias: Dados Globais**, 2015. Disponível em: <<http://www.abimapi.com.br/estatistica-massas.php>>. Acesso em: 05 abr. 2015.

ABIMILHO. Associação brasileira das indústrias de milho. Milho: **O cereal que enriquece a alimentação humana**, 2015. Disponível em: <<http://www.abimilho.com.br/milho/cereal>>. Acesso em: 05 abr. 2015.

ABIMILHO. Associação brasileira das indústrias de milho. **Situação atual da indústria de moagem de milho para consumo humano**, 2010. Disponível em: <<http://pt.slideshare.net/FabricioMartins/11-abimilho>>. Acesso em: 15 jul. 2014.

ADEBOWALE, K. O.; OLU-OWOLABI, B. I.; OLAYINKA, O. O.; LAWAL, O. S. Effect of heat-moisture treatment and annealing on physicochemical properties of red sorghum starch. **African Journal of Biotechnology**, Abraka, v. 4, n. 9, p. 928-933, 2005.

ANDERSON, R. A.; CONWAY, H.F.; PFEIFER, V.F.; GRIF-FN, L. J. Gelatinization of corn grift by roll and extrusion cook. **Cereal Science Today**, Minneapolis, v. 14, n. 1, p. 4-11, 1969.

ANDRADE, R.D.P.; LEMUS, R.B.; PÉREZ, C.E.C. Models of sorption for food: Uses and limitations. **Revista de la Facultad de Química Farmacéutica**, Medellín, v. 18, n. 3, p. 325-334, 2011.

AOAC. Association of official analytical chemists (United States of America). **Official methods of analysis**, Washington, ed. 18, 2016.

AOCS. AMERICAN OIL OF CHEMISTRY'S SOCIETY. **Official Methods and Recommended Practices of AOCS**. Champaign: AOCS, 1991.

APHA. American public health association. **Compendium of methods for the microbiological examination of foods**, ed. 4, Washington: APHA Publications, 676 p., 2001.

BARROS, B. N.; SCARMINIO, B.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos: Pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. Porto Alegre: Editora Bookman, 4 ed., p. 289-290, 2010.

BELLO-PÉREZ, L. A.; FLORES-SILVA, P. C.; BERRIOS, J. J.; PAN, J.; AGAMA-ACEVEDO, E.; MONSALVE-GONZÁLEZ, A. Gluten-free pasta spaghetti with unripe plantain chickpea and maize: physicochemical, texture and sensory properties. **CyTA-Journal of Food**, Tamaulipas, v. 13, n. 2, p. 159-166, 2015.

BEM, M. S.; POLES, L. F.; SARMENTO, S. B. S.; ANJOS, C. B. P. Physicochemical and sensory properties of pasta prepared with legume flours hydrothermally treated. **Alimentos e Nutrição**, Araraquara, v. 23, n. 1, p. 101-110, 2012.

BEMILLER, J. N. Starch modification: challenges and prospects. **Starch**, Glasgow, v. 49, n. 1, p. 127-131, 1997.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **RDC nº93 de 31 de Outubro de 2000**. Regulamento Técnico para Fixação de Identidade e Qualidade de Massa Alimentícia Brasília, DF: ANVISA, 2000. Disponível em: <http://portal.anvisa.gov.br/wps/wcm/connect/59cd1a004745896b9384d73fbc4c6735/RDC_93_2000.pdf?MOD=AJPERES>. Acesso em: 13 nov. 2015.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **RDC nº12 de 2 de Janeiro de 2001**. Regulamento técnico sobre padrões microbiológicos para alimentos. Brasília, DF: ANVISA, 2001. Disponível em: <http://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2001/res0012_02_01_2001.html>. Acesso em: 13 mai. 2014.

BRUNAUER, S.; EMMET, T. H.; TELLER, F. Adsorption of gases in multimolecular layers. **Journal of American Chemical Society**, [s.n.], v. 60, n. 2, p. 309-319.

BRUNEEL, C.; PAREYT, B.; BRIJS, K.; DELCOUR, J. A. The impact of the protein network on the pasting and cooking properties of dry pasta products. **Food Chemistry**, Davis, v. 120, n. 1, p. 371-378, 2010.

CABRALES, L.; NIU, Y. X.; BURIK, P.; ECKHOFF, S. R. Effect of laboratory batch steeping pH on starch yield and pasting properties of selected corn hybrids. **Cereal Chemistry**, St. Paul, v. 83, n. 1, p. 22-24, 2006.

CARINI, E.; CURTI, E.; SPOTTI, E.; VITTADINI, E. Effect of formulation on physicochemical properties and water status of nutritionally enriched fresh pasta. **Food Bioprocess Technology**, Dublin, v. 5, n. 1, p. 1642-1652, 2012.

CAVALCANTI, M. T.; SILVA, V. C.; COSTA, T. S.; FLORÊNCIO, I. M.; FLORENTINO, E. R. Obtaining the starch endocarp of mango production for diversification in the food industry. **Revista Verde**, Mossoró, v. 6, n. 5, p. 80-83, 2011.

CELERES. Celeres your agrobusiness intelligence. Informativo Celeres soja, milho e algodão, IC 14.01, p. 6-10, 2014. Disponível em: <<http://www.celeres.com.br/>>. Acesso em: 30 mai. 2014.

CHOUDHURY, D.; SAHU, J.K.; SHARMA, G.D. Moisture sorption isotherms, heat of sorption and properties of sorbed water of raw bamboo (*Dendrocalamus longispatus*) shoots. **Industrial Crops and Products**, St. Martin d'Heres, v. 33, n. 1, p. 211-216, 2011.

COELHO, L. M.; WOSIACKI, G. Sensory evaluation of bakery products with the addition of apple pomace flour. **Food Science and Technology**, Campinas, v. 30, n. 3, p. 582-588, 2010.

CONAB. Companhia nacional de abastecimento. **Safra 2015/2016 atingirá 210,5 milhões de toneladas de grãos: Quarto levantamento da safra brasileira de grãos da CONAB e IBGE**. Brasília, DF, 2016. Disponível em: <<http://www.brasil.gov.br/economia-e-emprego/2016/01/safra-2015-2016-atingira-210-5-milhoes-de-toneladas-de-graos>>. Acesso em: 05 abr. 2016.

DUARTE, A. P. A aparência engana. **Revista Cultivar**, Pelotas, p. 10-12, 2007. Disponível em: <<http://zeamays.hospedagemdesites.ws/wp-content/uploads/2013/05/2007-Revista-Cultivar-Aparencia-Engana.pdf>>. Acesso em: 23 mar. 2016.

EMBRAPA. Empresa brasileira de pesquisa agropecuária. **Agência Embrapa de informação tecnológica: Moagem**, Brasília, 2011. Disponível em: <<http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/gestor/milho/arvore/CONT000fdyq37d402wx5a900e1ge5pdism0z.html>>. Acesso em: 30 mai. 2014.

EMBRAPA. Empresa brasileira de pesquisa agropecuária. **Produção de milho orgânico na agricultura familiar**, Brasília, 2006. Disponível em: <<http://www.ciorganicos.com.br/wp-content/uploads/2013/09/milorg.pdf>>. Acesso em: 13 mar. 2015.

OLIVEIRA FILHO, J. H.; MANCINI, A. C. Additives and ingredients and their reflexes on the viscoamylographics properties of corn starch. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, 7º Brazilian Meeting on Chemistry of Food and Beverages, n. 11, p. 78-84, 2009.

FIORDA, F. A.; SOARES, M. S. J.; SILVA, F. A.; GROSMANN, M. V. E.; SOUTO, L. R. F. Microestruure, texture and colour of gluten-free pasta made with amaranth flour, cassava starch and cassava bagasse. **LWT – Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 54, n. 1, p. 132-138, 2013.

FOGAGNOLI, G.; SERAVALLI, E. A. G. Application of passion fruit peel poder in fresh pasta. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v. 17, n. 3, p. 204-212, 2014.

FRANCO, C. M. L.; DAIUTO, E. R.; DEMIATE, I. M.; CARVALHO, L. J. C. B.; LEONEL, M.; CEREDA, M. P.; VILPOUX, O. F.; SARMENTO, S. B. S. Culturas de tuberosas amiláceas latino americanas – Propriedades gerais do amido. **Fundação Cargill**, Campinas, 2002.

GALLEGO-INFANTES, J. A.; ROCHA-GUZMAN, N. E.; GONZALEZ-LAREDO, R. F.; OCHOA-MARTÍNEZ, L. A.; CORZO, N.; BELLO-PÉREZ, L. A.; MEDINA-TORRES, L.; PERALTA-ALVAREZ, L. E. Quality of spaghetti containing Mexican common bean flour (*Phaseolus vulgaris* L.). **Food Chemistry**, Davis, v. 199, n. 1, p. 1544-1549, 2010.

GERALDI, C.A.Q.; PEREIRA, N.C.; FRARE, L.M.; KLASSEN, T. Análise econômico-financeira de um novo processo de produção de derivados de milho. **Engevista**, Rio de Janeiro, v. 14, n. 2, p. 185-195, 2012.

GIMÉNEZ, M. A.; DRAGO, S. R.; GREEF, D. De.; GONZALEZ, R. J.; LOBO, M. O.; SAMMAN, N. C. Rheological, functional and nutritional properties of wheat/broad bean (*Vicia faba*) flour blends for pasta formulation. **Food Chemistry**, Davis, v. 134, n. 1, p. 200-206, 2012.

GOLDSTEIN, J. I.; NEWBURY, D. E.; ECHIL, P.; ROMIG, A. D. J.; LYMAN, C. E.; FIORI, C.; LIFSHIN, E. **Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis**. New York: Plenum Press, 1992.

GUIMARÃES, F. I. T. **Farinha pré-gelatinizada de arroz na formulação de sobremesa instantânea**. 2012. 107 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos), Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2012.

HARKINS, W. D.; JURA, G. Surfaces of solids. XIII. A vapor adsorption method for the determination of the area of a solid without the assumption of a molecular area, and the areas occupied by nitrogen and other molecules on the surface of a solid. **Journal of American Chemical Society**, [s.n.], v. 66, n. 8, p. 1366-1373, 1944.

HUMMEL, C. **Macaroni Products: Manufacture Processing and Packing**, Londres: Food Trade, 1966, 287 p.

HUNG, P. V.; MAEDA, T.; MORITA, N. Waxy and high amylose wheat starches and flours – characteristics, functionality and application. **Food Science and Technology**, Georgia, v. 17, n. 1, p. 448-456, 2006.

HUNTERLAB. **User's manual with universal software**. Reston, Hunterlab, v. 3, 1998.

JIRANUNTAKUL, W.; PUTTANLEK, C.; RUNGSARDTHONG, V.; PUNCHARNON, S.; UTTAPAP, D. Microstructural and physicochemical properties of heat-moisture treated waxy and normal starches. **Journal of Food Engineering**, Maryland Heigh, v. 104, n. 1, p. 246-258, 2010.

JUSZCZAK, L.; WITCZAK, T.; ZIOBRO, R.; KORUS, J.; CIESLIK, E.; WICZAK, M. Effect of inulin on rheological and thermal properties of gluten-free dough. **Carbohydrate Polymers**, Kidlington Oxford, v. 90, n. 1, p. 353-360, 2012.

KAUR, G.; SHARMA, S.; NAGI, H. P. S.; DAR, B. N. Functional properties of pasta enriched with variable cereal bran. **Journal of Food Science and Technology**, Malden, v. 49, n. 4, p. 467-474, 2012.

LABUZA, T.P. Sorption phenomena in foods. **Food Technology**, Chicago, v. 22, n.3, p. 15-24, 1968.

LANGMUIR, I. The adsorption of gases in a plane surfaces of glass, mica and platinum. **Journal of American Chemistry Society**, Washington, v. 46, n. 1, p. 1361-1403, 1918.

LARROSA, V.; LORENZO, G.; ZARITZKY, N.; CALIFANO, A. Improvement of the texture and quality of cooked gluten-free pasta. **LWT – Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 70, n. 1, p. 96-103, 2016.

LAUFENBERG, G. Transformation of vegetable waste into added products: (A) the upgrading concept; (B) practical implementations. **Bioresource Technology**, Londres, v. 87, n. 1, p.167-198, 2003.

LIU, C. Y.; SHEPHERD, K. W.; RATHJEN, A. J. Improvement of durum wheat pastamaking and breadmaking qualities. **Cereal Chemistry**, St. Paul, v. 73, n. 2, p. 155-166, 1996.

LOPES, J. F. F.; RAMOS, A. P.; ROMERO, J. T. Water diffusivity, sulfur dioxide, and lactic acid in corn kernels during steeping for the wet milling process. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v. 9, n. 4, p. 257-263, 2006.

MAPA. Ministério da agricultura pecuária e abastecimento. **Milho**, Brasília, DF, 2015. Disponível em: <<http://www.agricultura.gov.br/vegetal/culturas/milho>>. Acesso em: 04 abr. 2016.

MARIOTTI, M.; IAMETTI, S.; CAPPÀ, C.; RASMUSSEN, P.; LUCISANO, M. Characterisation of gluten-free pasta through conventional and innovative methods: Evaluation of the uncooked products. **Journal of Cereal Science**, Londres, v. 53, n. 1, p. 319-327, 2011.

MARIUSSO, A. C. B. **Estudo do enriquecimento de massas alimentícias com subprodutos agroindustriais visando o melhoramento funcional e tecnológico de massas frescas**. 2008. 100 f. Dissertação (Mestrado em Ciência de Alimentos) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2008.

MENEGHETTI, C. C.; DOMINGUES, J. L. Características nutricionais e uso de subprodutos da agroindústria na alimentação de bovinos. **Revista Eletrônica Nutritime**, Viçosa, v. 5, n. 2, p. 512-536, 2008.

MERCIER, S.; MARCOS, B.; MORESOLI, C.; MONDOR, M.; VILLENEUVE, S. Modeling of internal moisture transport during durum wheat pasta drying. **Journal of Food Engineering**, Maryland Heigh, v. 124, n. 1, p. 19-27, 2014.

MICELI, A.; FRANCESCA, N.; MOSCHETTI, G.; SETTANI, L. The influence of addition of *Borago officinalis* with antibacterial activity on the sensory quality of fresh

pasta. **International Journal of Gastronomy and Food Science**, San Sebastián, v. 2, n. 1, p. 93-97, 2015.

MIRHOSSEINI, H.; RASHID, N. F. A.; AMID, B. T.; CHEONG, K. W.; KAZEMI, M.; ZULKURNAIN, M. Effect of partial replacement of corn flour with durian seed flour and pumpkin on cooking yield, texture properties, and sensory attributes of gluten-free pasta. **LWT – Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 63, n. 1, p. 184-190, 2015.

MUSSOLINI, R. C. **Caracterização físico-química e rendimento da moagem úmida de quatro híbridos de milho**. 2009. 58f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Alimentos) - Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, São José do Rio Preto, 2009.

NEIVA, J.N.M; SOARES, A. N.; MORAES, S. A.; CAVALCANTE, A. C. R.; LÔBO, R. N. B. Corn gluten meal in feedlot sheep diets. **Revista Ciência Agronômica**, Fortaleza, v. 36, n. 1, p. 111-117, 2004.

OGAWA, T.; ADACHI, S. Effects of drying conditions on moisture distribution in rehydrated spaghetti. **Bioscience, Biotechnology and Biochemistry**, Nagoya, v. 78, n. 8, p. 1412-1414, 2014.

ORDOÑEZ, J.A. **Proteínas**. In: Tecnologia dos alimentos, e processos, Porto Alegre: Artmed, v. 1, p.55-56, 2007.

OYELADE, O.J.; TUNDE-AKINTUNDE, T.Y.; IGBEKA, J.C.; OKE, M.O.; RAJI, O.Y. Modelling moisture sorption isotherms for maize flour. **Journal of Stored Products Research**, Manhattan, v. 44, n. 1, p. 179-185, 2008.

PARK, K.J.; ANTONIO, G.C.; OLIVEIRA, R.A.; PARK, K.J.B. Conceitos de processamento e equipamentos de secagem. **Food Science and Technology**, Campinas, v. 1, n. 1, p. 41-56, 2007.

PARK, K.J.B.; PARK, K.J.; CORNEJO, F.E.P.; FABBRO, I.M. Thermodynamic considerations of the isotherms. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v. 10, n. 1, p. 83-94, 2008.

PELIZER, L. H.; PONTIERI, M. H.; MORAES, I. M. Use of agro-industrial residues in biotechnological processes as perspective of reduction of the environmental impact. **Journal of Technology Management & Innovation**, Santiago, v. 2, n. 1, p. 118-127, 2007.

PETITOT, M.; ABECASSIS, J.; MICARD, V. Structuring of pasta components during processing: impact on starch and protein digestibility and allergenicity. **Trends in Food Science and Technology**, Colney, v. 20, n. 1, p. 521-532, 2009.

PIWŃSKA, M.; WYRWISZ, J.; KUREK, M.; WIERZBICKA, A. Hydration and physical properties of vacuum-dried durum wheat semolina pasta with high-fiber oat powder. **LWT – Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 63, n. 1, p. 647-653, 2015.

PUMAR, M.; FREITAS, M. C. J.; CERQUEIRA, P. M.; SANTANGELO, S. B. Evaluation of the pumpkin (*Curcubita maxima*, L.) seed flour effects on the intestinal tract of rats. **Food Science and Technonogy**, Campinas, v. 28, n. 1, p. 7–13, 2008.

RAMIREZ, E. C.; JOHNSTON, D. B.; MCALOON, A. J.; YEE, W.; SINGH, V. Engineering process and cost model for a conventional corn wet milling facility. **Industrial Crops and Products**, St. Martin d’Heres, v. 27, n. 1, p. 91-97, 2008.

RAUSCH, K. D.; BELYEA, R. L. The future of coproducts from corn processing. **Applied Biochemistry and Biotechnology**, St. Paul, v. 128, n. 1, p. 47-86, 2006.

RIBEIRO, R. D.; FINZER, J. R. D. Development of cookie successfully type biscuit flour corn cobs and banana peel. **FAZU em Revista**, Uberaba, v. 7, n. 1, p. 120-124, 2010.

ROMANI, S.; BALESTRA, F.; ANGIOLONI, A.; ROCCULI, P.; DALLA-ROSA, M. Physicochemical and electronic nose measurements on the study of biscuit bakingkinetics. **Italian Journal of Food Science**, Pinerolo, v. 24, n. 1, p. 32-40, 2012.

ROMANI, S.; TAPPI, S.; BALESTRA, F.; RODRIGUEZ-ESTRADA, M. T.; SIRACUSA, V.; ROCCULI, P. Effect of different new packaging materials on biscuit quality during accelerated storage. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, Malden, v. 95, n. 1, p. 1736-1746, 2014.

SANTOS, F. A. Glúten de milho na alimentação de aves e suínos. **Revista Eletrônica Nutritime**, Viçosa, v. 1, n. 3, p. 79-100, 2004.

SITOHY, M. Z.; EL-SAADANY, S. S.; LABIB, S. M.; RAMADAN, M. F. Physicochemical properties of different types of starch phosphate monoesters. **Starch**, Glasgow, v. 52, n. 4, p. 101-105, 2000.

- STEFANIS, E. D.; SGRULLETTA, D. Effects of high-temperature drying on technological properties of pasta. **Journal of Cereal Science**, Londres, v. 12, n. 1, p. 97-104, 1990.
- STONE, H.; SIDEL, J. L. **Sensory evaluation practices**. Florida, Academic Press, Cap. 7, 1992, 308 p.
- STORCK, C. R.; NUNES, G. L.; OLIVEIRA, B. B.; BASSO, C. Leaves, stalk, pell and seeds of vegetables: nutritional composition, utilization and sensory analysis in food preparations. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 43, n. 3, p. 537-543, 2013.
- STURGES, H. A. The choice of a class interval. **Journal of the American Statistical Association**, Alexandria, v. 21, n. 153, p. 65-66, 1926.
- TIMOFIECSYK, F. R.; PAWLOWSKY, U. Minimização de Resíduos na Indústria de Alimentos: Revisão. **Boletim CEPPA**, Curitiba, v. 18, n. 2, p. 221-236, 2000.
- TOMICKI, L.; RIGO, A. A.; DURIGON, A.; GUTKOSKI, L. C.; ZENI, J.; VALDUGA, E.; STEFFENS, C.; TONIAZZO, G. Elaboration and quality evaluation of the gluten-free pasta. **Ciencia Rural**, Santa Maria, v. 45, n. 7, p. 1311-1318, 2015.
- TOGRUL, H.; ARSLAN, N. Moisture sorption and thermodynamic properties of walnut kernels. **Journal of Stored Products Research**, Manhattan, v. 43, n. 1, p. 252-264, 2007.
- TROYGOT, O.; SAGUY, I. S.; WALLACH, R. Modeling rehydration of porous food materials: I. Determination of characteristic curve from water sorption isotherms. **Journal of Food Engineering**, Maryland Heigh, v. 105, n. 1, p. 408-415, 2011.
- VERAVERBEKE, W. S.; DELCOUR, J. A. Wheat protein composition and properties of wheat glutenin in relation to bread make functionality. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, Massachusetts, v. 42, n. 3, p. 179-208, 2002.
- WALSTRA, P. **Physical Chemistry of foods**. New York: Marcel Dekker Inc., p. 253-255, 2003.
- WANG, J.; WAN, W. Application of desirability function based on neural network for optimizing biohydrogen production process. **International Journal of Hydrogen Energy**, Coral Gables, v. 34, n. 3, p. 1253-1259, 2009.

CAPÍTULO 2

5.1 ARTIGO 1

DESENVOLVIMENTO DE FARINHAS DE COPRODUTOS DA INDUSTRIALIZAÇÃO DO MILHO: CARACTERIZAÇÃO PROXIMAL, PROPRIEDADES TÉRMICAS, VISCOAMILOGRÁFICAS, ESTRUTURAIS E PERFIL MICROBIOLÓGICO.

Resumo

O milho é um dos grãos mais produzidos e consumidos para alimentação humana e animal, sua industrialização permite a geração de diferentes subprodutos que podem ser transformados em novas matérias primas alimentares, melhorando aspectos produtivos como lucratividade e redução de impactos ambientais. Os coprodutos oriundos da industrialização de milho via úmida podem apresentar perfis fibrosos e proteico/gordurosos dependendo do procedimento utilizado para separação destes industrialmente. A elaboração de farinhas a partir destes coprodutos através dos processos de secagem e moagem, os transforma em matérias primas com viabilidade de uso em desenvolvimento de novos alimentos. O objetivo deste trabalho foi desenvolver farinhas de coprodutos de milho com características fibrosa e proteico/gordurosa, assim como avaliar suas características nutricionais e tecnológicas. A farinha de milho fibrosa apresentou menores teores de lipídios e proteínas que a farinha proteico/gordurosa, entretanto apresentou maiores teores de fibra alimentar total. Ambas as farinhas apresentaram melhor absorção de água com o aumento da temperatura de análise devido ao inchamento provocado pela gelatinização nos grânulos de amido presentes nas amostras conforme observado nas micrografias das farinhas. A temperatura de secagem para obtenção das farinhas influenciou diretamente na degradação oxidativa, aumentando o índice de peróxido presente nas amostras secas em comparação às úmidas. Foi possível concluir que as farinhas de coprodutos da industrialização do amido podem ser utilizadas como fontes viáveis na elaboração de novos produtos, principalmente como fonte de componentes nutricionais funcionais, e agentes coadjuvantes de tecnologia.

Palavras-chave: resíduos, aproveitamento, amido

5.1.1 Introdução

O milho é um dos grãos mais diversos encontrados na natureza, e um dos mais amplamente produzidos no mundo. Seja em forma de grãos integrais ou na forma de

seus derivados, o milho têm sido parte integrante da dieta de todas as classes socioeconômicas (ZILIC et al., 2012). Os produtos de milho, largamente utilizados na alimentação humana no Brasil até metade do século XX, tiveram seu consumo reduzido com a introdução de produtos de origem no trigo (CALLEGARO et al., 2005).

Nos últimos anos o consumo do milho tem sido novamente visado, tendo em vista seu baixo custo e alto valor energético, sendo utilizado como alternativa ao trigo. O milho é fonte tanto de energia quanto de proteínas, gorduras e fibras o que o permite ser uma das principais matérias primas para a indústria de alimentos (GERALDI et al., 2012).

Algumas alternativas têm sido propostas com a necessidade da elevação do consumo de nutrientes em função do baixo consumo destes, dentre estas o desenvolvimento de novos alimentos que possuam valor nutricional superior e que sejam acessíveis às classes economicamente menos favorecidas (RIBEIRO; FINZER, 2010). Neste contexto Kunts, Chade e Chiara (2008) sugerem que a elaboração de farinhas diferenciadas, se mostra uma boa fonte a ser explorada pela indústria.

Desse modo, o aproveitamento dos coprodutos da moagem úmida do milho pode ser uma alternativa para a inclusão de produtos de caráter fibroso e proteico na alimentação humana. As principais utilizações destes coprodutos na forma de alimentos se iniciam principalmente pela sua adição em produtos de panificação como pães e bolos. Para Rose et al. (2010) a inclusão de novos produtos ou matérias primas tem como intuito principal aumentar o conteúdo substâncias desejadas em alimentos largamente consumidos.

Sendo assim, esse trabalho visa a determinação das características de farinhas obtidas de coprodutos da industrialização do milho, de forma a disponibilizar a possibilidade destas no uso em desenvolvimento de novos alimentos.

5.1.2 Material e Métodos

As amostras dos coprodutos da industrialização de milho (matéria-prima) foram obtidos diretamente do processo de moagem via úmida da empresa FEBELA Agroindustrial Ltda., situada na cidade de Bela Vista de Goiás, Goiás, Brasil. O primeiro coproduto foi obtido na separação de resíduos da moagem, com perfil fibroso,

o segundo foi obtido da centrifugação para separação de amido, com perfil proteico/gorduroso.

As amostras dos coprodutos foram coletadas em sacos de polietileno de alta densidade, armazenadas em caixas isotérmicas, com adição de gelo para manutenção da temperatura e transportadas ao Laboratório de Aproveitamento de Resíduos e Subprodutos Agroindustriais (LABDARSA) da Escola de Agronomia da Universidade Federal de Goiás – Campus Samambaia (EA/UFG).

Imediatamente após a chegada ao laboratório os coprodutos foram desidratados em estufa de circulação forçada (TECNAL, TE-394/4, Piracicaba-SP, Brasil) em temperatura constante de 55°C durante o período de 24 horas, ou até que fosse alcançado o conteúdo de umidade de 14 g 100g⁻¹. Os coprodutos secos foram moídos em moinho de facas (TRAPP, TRF90 Júnior, Jaraguá do Sul-SC, Brasil), com peneira 30 *mesh* obtendo-se uma farinha de milho fibrosa (FMA), e uma farinha de milho proteico/gordurosa (FMB).

Após obtenção, as farinhas foram avaliadas quanto à composição proximal. Foram realizadas três repetições de cada experimento em triplicata para cada amostra. Foram determinados os conteúdos de umidade (método 930.15), resíduo mineral fixo (RMF) (método 942.05), extrato etéreo total (EET) (método 920.39), teor de proteínas (PTN) (método 990.03), fibra alimentar total, solúvel e insolúvel (método 985.29) conforme padrão AOAC (2016); os carboidratos (CHO) totais foram calculados por diferença e o valor energético total (VET) determinado através do uso dos teores de carboidratos, proteínas e lipídios, ambos conforme AOAC (2016). As análises físico químicas de acidez total titulável e potencial hidrogeniônico (Potenciômetro Digital, TECNAL, TEC-51, Piracicaba-SP, Brasil) também foram realizadas para as farinhas.

Foram realizadas avaliações do nível de oxidação dos resíduos *in natura* e pós moagem através da determinação do índice de peróxido, conforme método nº Cd 8b-90 da AOCS (1991), com o intuito de verificar se o processo de secagem influenciou na degradação lipídica das farinhas oriundas dos coprodutos.

O índice de absorção de água (IAA) e de solubilidade em água (ISA) foram determinados conforme metodologias descritas por Anderson et al. (1969).

A análise de capacidade de absorção de óleo (CAO) foi realizada segundo procedimento de Anderson et al. (1969), através da adaptação da análise, onde a água foi substituída por óleo.

Foram estabelecidos os parâmetros instrumentais de cor L^* , a^* , b^* determinados segundo o sistema CIELab com uso de colorímetro (Konica Minolta, CR-10, Ramsey, EUA) (HUNTERLAB, 1998). Foi realizado também o procedimento de avaliação do croma e $^{\circ}\text{Hue}$.

Para cada amostra de farinha (FMA e FMB), as análises de cor foram realizadas em dez medições em triplicata.

Para determinação da atividade de água (a_w), foi utilizado aparelho analisador de bancada (Acqualab, CX-2, Washington, EUA) à temperatura constante de $25 \pm 3^{\circ}\text{C}$, com medições em triplicata para cada repetição. A análise foi realizada conforme a metodologia 978.18 da AOAC (2016).

Foram determinados de acordo com metodologia 61.02.01 (AACC, 2012) para cada tratamento, o perfil visco-amilográfico das amostras, através de equipamento Rapid Visco Analyser (RVA 4500, Perten Instruments, Hägersten, Suécia) com os parâmetros de velocidade máxima de 960 rpm e velocidade para gelatinização em 160 rpm, temperatura máxima de 95°C e temperatura mínima de 50°C , utilizando padrão de umidade de 14% com 3,5g de amostra para 25 ml de água destilada. Os dados foram calculados através de software computacional (TCW3, *ThermoCline for Windows v3*, Sidney, Austrália) acoplado ao sistema RVA, obtendo através das curvas de viscosidade os valores de viscosidade de pico de gelatinização, estabilidade da pasta durante a cocção (*breakdown*), viscosidade final, endurecimento produzido pelo resfriamento a 50°C (*setback*), tempo de pico de gelatinização e temperatura de gelatinização.

A análise do comportamento térmico das farinhas foi procedida de acordo com calorimetria diferencial de varredura (DSC Q20, TA Instruments, New Castle, EUA), em procedimento hermético, com fluxo de calor de -40 a 10 W g^{-1} com variação de temperaturas de 40 a 160°C , com taxa variação de temperatura de $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$, determinando os pontos de variação de entalpia de gelatinização (ΔH_{Gel}); temperaturas de pico inicial (T_{onset}), e a temperatura de gelatinização (T_{Gonset}), temperatura final de gelatinização (T_{Gend}) e variação de capacidade calorífica de gelatinização (ΔC_p).

A análise estrutural das farinhas foi realizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), em microscópio eletrônico de varredura (Jeol, JSM - 6610, Peabody, EUA), com amostras totalmente secas em estufa a $105^{\circ}\text{C}/24\text{h}$. O tempo de decomposição de ouro nas amostras foi de 98 seg, formando uma camada de 15 nm sobre o material (GOLDSTEIN et al., 1992). Foram analisados os perfis de grânulos de

amido e estrutura geral das farinhas fibrosa e proteico gordurosa com magnitudes de aumento de 150x, 1500x, 1700x e 2000x.

As análises estatísticas da composição proximal, RVA e DSC das farinhas foram realizadas através de análise de variância, em delineamento inteiramente casualizado (DIC), em três repetições em triplicata para cada amostra, com posterior aplicação de teste de médias de Tukey ($p < 0,05$), para análise de comparação de médias entre as amostras. Os dados foram analisados através do software SISVAR versão 5.6 (DEX/UFLA, Lavras-MG, Brasil).

5.1.3 Resultados e Discussões

As umidades médias encontradas nas amostras de coprodutos úmidos de milho fibroso (CMA) e proteico/gorduroso (CMB) antes do processo de secagem foram de 38,35 g 100g⁻¹ e 51,34 g 100g⁻¹, respectivamente. A alta umidade presente nas amostras pode levar a uma rápida deterioração destes coprodutos causados pela fermentação por microrganismos. A fermentação pós produção, pode ser potencialmente facilitada pelos produtos passarem por processo de fermentação durante a maceração do milho pré-moagem. Boyles (2011) define que a dificuldade da utilização do farelo úmido de glúten de milho é associada à sua alta umidade e as altas vantagens nutricionais, o que promove ao coproduto uma vida de armazenagem de apenas alguns dias, principalmente nas estações com temperaturas mais elevadas, e no máximo duas semanas no inverno devido à instabilidade gerada pela própria composição produto. Segundo este autor, devido aos custos com transporte, o reaproveitamento do farelo úmido do milho é uma opção mais disponível somente para consumidores locados próximos às indústrias.

A instabilidade do produto e o pequeno tempo de vida útil também é um dos fatores negativos enfrentados na produção e reaproveitamento dos coprodutos úmidos (Figura 9) produzidos pela FEBELA Agroindustrial LTDA. Para a redução no conteúdo de umidade dos coprodutos a solução indicada é a utilização do processo de secagem, visando de forma extrema reduzir a atividade de água dos coprodutos *in natura*. Portanto, para a conversão dos coprodutos úmidos em matérias primas para reaproveitamento mais amplo, a secagem se torna um processo primordial.

Figura 9. Amostras úmidas de coprodutos de milho. A) Coproduto de milho semelhante a farelo convencional de milho úmido; B) Coproduto de milho com característica de polpa emulsionada.



Antes da conversão dos coprodutos fibroso (CMA) e proteico/gorduroso (CMB) úmidos em farinhas, foram realizadas análises microbiológicas dos mesmos (Tabela 5), que indicaram que as amostras apresentaram-se em conformidade para processamento em grau alimentício, de acordo com os padrões estabelecidos por Brasil (2001). Este resultado tornou possível a transformação através de secagem e moagem dos coprodutos em farinhas.

Tabela 5. Perfil microbiológico de coprodutos úmidos da industrialização do amido de milho ceroso, de perfil fibroso e proteico/gorduroso.

Análises Realizadas	Resultados encontrados na análise		Limites Permitidos (VMP*)
	CMA	CMB	
Coliformes a 45°C/g	< 10 UFC/g	< 10 UFC/g	2x10 ² UFC/g
Estafilococos Coagulase +	< 100 UFC/g	< 100 UFC/g	10 ³ UFC/g
<i>Bacillus Cereus</i> /g	< 100 UFC/g	< 100 UFC/g	10 ³ UFC/g
Bolores e Leveduras	< 100 UFC/g	< 100 UFC/g	Não Estabelecido
<i>Salmonella sp</i> /g	Ausência em 25g	Ausência em 25g	Ausência em 25g

*VMP : Valor Máximo Permitido.

Após o procedimento de secagem e moagem dos coprodutos, foram obtidas a farinha de milho fibrosa (FMA) e a farinha de milho proteico/gordurosa (FMB). Na figura 10 estão apresentadas as farinhas após o processamento dos coprodutos.

Através da análise granulométrica (Tabela 6) pode-se observar que 92,11% FMA e 82,05% FMB das farinhas de coproduto de milho ficaram retidas na peneira com abertura de 0,250 mm (60 *mesh*), evidenciando que a distribuição de partículas entre as farinhas foi homogênea. Para as aberturas de 0,71, 0,59, 0,50 e 0,250 mm houve diferença significativa entre as amostras ($p>0,05$). Devido à formação de grânulos mais rígidos durante o processo de secagem em FMB, esta se apresentou mais grossa em relação à FMA após o processo de moagem.

Figura 10. Farinha de coproduto proteico/gorduroso da industrialização do milho via úmida (A). Farinha de coproduto fibroso da industrialização do milho via úmida (B).



Observou-se também que houve maior retenção para FMA na peneira com retenção de 0,250 mm (60 *mesh*) em relação à FMB. Entretanto na peneira com abertura de 0,149 mm (100 *mesh*) a retenção em FMA foi menor que em FMB, caracterizando a granulometria mais fina de FMA em relação à FMB. Pela determinação do módulo de finura, através da soma dos percentuais acumulados em todas as peneiras, sendo divididos por 100, é possível elucidar esta afirmação, onde FMA apresentou diferença significativa ($p<0,05$) com menor valor em comparação à FMB.

Segundo Silva et al. (2009) o tamanho das partículas é um dos fatores que influenciam significativamente a viscosidade de pasta, a densidade e textura de produtos à base de farinhas. Muniz et al. (2014) trabalhando com farinhas em retenção de 60 *mesh*, feitas a partir de alfarroba, obtiveram boa aceitação na elaboração de bolos perante à análise sensorial junto à consumidores.

Tabela 6. Percentual de amostra retida nas peneiras durante a análise granulométrica das farinhas de milho fibrosa (FMA) e proteico/gordurosa (FMB) ($\text{g } 100\text{g}^{-1}$).

<i>Mesh</i>	Abertura (mm)	FMA	FMB
20	0,84	0,59 ^{a*}	0,85 ^a
24	0,71	0,48 ^b	1,53 ^a
28	0,59	0,49 ^b	3,42 ^a
32	0,50	1,03 ^b	6,12 ^a
60	0,250	92,11 ^a	82,05 ^b
100	0,149	4,13 ^a	5,14 ^a
Fundo	0	1,4 ^a	1,01 ^a
Módulo de Finura	--	2,98 ^b	3,14 ^a

*Valores acompanhados de letras iguais na mesma linha não apresentam diferença significativa entre si, segundo teste de Tukey ($p < 0,05$).

Conforme Silva et al. (2009) o excesso de altos percentuais de partículas finas nas misturas, não necessariamente significa qualidade para os produtos elaborados, estas partículas podem prejudicar a estrutura interna de miolos de pães e bolos, que apresentam alta umidade e gomosidade pós-forneamento. Para Borges et al. (2011) a influência da granulometria das farinhas em produtos de panificação ainda não foi totalmente elucidada, entretanto confirmam que a distribuição uniforme das partículas possa promover maior dispersão da farinha na massa.

A partir do observado pelos autores pode-se afirmar que tanto a farinha de milho fibrosa (FMA) quanto à farinha de milho proteico/gordurosa (FMB), em relação à distribuição uniforme de partículas, podem ser recomendadas para o uso em produção alimentícia.

As farinhas obtidas a partir do processamento de coprodutos são matérias-primas de comportamento ainda desconhecido, portanto não foi possível encontrar dados específicos para as mesmas quanto à composição proximal. O conteúdo de umidade (Tabela 7) de FMA e FMB não apresentou diferença significativa ($p < 0,05$), sendo que ambas apresentaram teores de umidade abaixo do especificado por Brasil (1978), para farinhas de milho que é abaixo de $14 \text{ g } 100\text{g}^{-1}$.

Os valores encontrados para cinzas também não apresentaram diferenças significativas entre si ($p < 0,05$). Entretanto a farinha de milho proteico/gordurosa apresentou maior concentração que a farinha de milho fibrosa.

Tabela 7. Umidade, cinzas, extrato etéreo total, proteínas, fibra alimentar total (FAT), fibra alimentar insolúvel (FAI), fibra alimentar solúvel (FAS), amido, açúcares totais, açúcares redutores, carboidratos totais (b.s) ($\text{g } 100\text{g}^{-1}$) e valor energético total (VET) (kJ/g) das farinhas de milho fibrosa (FMA) e proteico/gordurosa (FMB).

Composição Proximal	FMA	FMB
Umidade	$4,87 \pm 0,06^{a*}$	$4,29 \pm 0,04^a$
Cinzas	$0,55 \pm 0,01^a$	$0,68 \pm 0,01^a$
Extrato Etéreo Total	$4,57 \pm 0,11^b$	$23,40 \pm 0,51^a$
Proteínas	$0,61 \pm 0,05^b$	$7,12 \pm 0,08^a$
Fibra Alimentar Total	$44,12 \pm 0,62^a$	$3,66 \pm 0,30^b$
Fibra Alimentar Solúvel	$36,02 \pm 0,15^a$	$1,51 \pm 0,02^b$
Fibra Alimentar Insolúvel	$8,10 \pm 0,58^a$	$2,15 \pm 0,21^b$
Amido	$33,82 \pm 0,02^a$	$27,48 \pm 0,03^b$
Açúcares Totais	$11,44 \pm 0,10^b$	$33,37 \pm 0,05^a$
Açúcares Redutores	$3,43 \pm 0,09^a$	$1,00 \pm 0,01^b$
Carboidratos Totais	$89,38 \pm 0,13^a$	$64,51 \pm 0,55^b$
Valor Energético Total	$1679,51 \pm 2,98^b$	$2081,37 \pm 10,61^a$

*Valores acompanhados de letras iguais na mesma linha não apresentam diferença significativa entre si, segundo teste de Tukey ($p < 0,05$).

Os valores encontrados para cinzas (Tabela 7) nas farinhas estão abaixo do determinado por Brasil (1978), que é de $1,0 \text{ g } 100\text{g}^{-1}$, o que pode ser caracterizado pela redução de compostos nas farinhas, oriunda principalmente do processamento dos coprodutos. Valores semelhantes foram encontrados por Callegaro et al. (2005) em farinha de milho com teores variando entre 0,43 e $0,80 \text{ g } 100\text{g}^{-1}$. Segundo Gwirtz et al. (2014) dentre os minerais encontrados na composição de coprodutos da industrialização do milho o cálcio, fósforo, magnésio, potássio e selênio são os que se apresentam em maior concentração. Sendo assim, a substituição das farinhas convencionalmente utilizadas em processos de produção de alimentos, por coprodutos da industrialização do milho pode se tornar uma viabilidade como complementação de nutrientes minerais na alimentação.

Quando comparados ao farelo de arroz, conforme estudado por Sairam et al. (2011), FMA e FMB apresentaram uma concentração aproximadamente 15% menor de cinzas, dados os valores encontrados pelos autores estarem em torno de $15,6 \text{ g } 100\text{g}^{-1}$.

Rose et al. (2010) trabalhando com farelo de milho oriundo de moagem a seco do grão encontraram concentrações de resíduo mineral fixo variando de 6,0 a 10,0 g 100⁻¹. Para Gwirtz et al. (2014), a composição proximal de coprodutos e farinhas de milho está relacionada diretamente à forma de cultivo e processamento.

O valor médio obtido de extrato etéreo total para FMB foi em torno de seis vezes maior quando comparado à FMA (Tabela 7). Durante o processo de separação dos coprodutos, a gordura presente no gérmen do grão de milho permanece no grão pela ausência do processo de degerminação, na produção específica dos coprodutos estudados. Após a extração de CMA a gordura emulsionada na fração proteica pós-moagem não é separada, sendo então retirada posteriormente fazendo parte da composição do CMB.

Os valores encontrados para conteúdo lipídico em FMB se assemelham ao encontrado em farinha obtida a partir de grãos de soja por Trombini et al. (2013), as concentrações encontradas pelos autores apresentam média de 21,33 g 100g⁻¹. O conteúdo de lipídios de FMB também se assemelhou ao conteúdo encontrado por Iglesias-Puig e Haros (2013) em farinha de chia semi desengordurada de 18,6 g 100g⁻¹. Em FMB o teor lipídico se apresentou 90% maior em comparação às farinhas de milho convencional encontrados por Callegaro et al. (2005) que foram em média de 2,57 g 100g⁻¹.

Conforme Moureau (2011) a obtenção do óleo é feita pela extração do óleo do gérmen do grão de milho que contém em média 3 a 5 g 100g⁻¹ de composição lipídica. Ao se comparar a composição de FMA, a farinha apresenta conteúdo lipídico semelhante ao encontrado nos grãos de milho. O conteúdo encontrado em concentração lipídica na farinha fibrosa de milho pode ser relacionada ao conteúdo encontrado em *corn gluten meal*, em estudos Xue et al. (2013) que encontraram concentrações de lipídios de 5,63 g 100g⁻¹ em amostras secas.

Na tabela 7 observa-se que a farinha de milho proteico/gordurosa (FMB) apresentou composição proteica significativamente maior que FMA (p<0,05). Segundo Forato et al. (2013) os subprodutos de *corn gluten meal*, com conteúdo proteico elevado, assim como em FMB, são compostos de 60 a 70% de zeínas. Zeína é uma proteína que tem sido potencialmente utilizada para aplicações em alimentos, usos farmacêuticos e em indústrias de biotecnologia (WANG et al., 2005). Xue et al. (2013) obtiveram através do uso de ultrassom a extração de 30% das zeínas, obtidas de *corn gluten feed* de caráter proteico da moagem por via úmida, sendo estas zeínas utilizadas

no processo de microencapsulação de olerosina de tomate. Forato et al. (2013) utilizaram as zeínas extraídas de *corn gluten meal* para elaboração de novos biofilmes, obtendo produtos com boa resistência mecânica e transparência.

A partir das considerações observadas pelos autores, é possível observar que o aproveitamento de FMA e FMB, também se pode ampliar para o uso biotecnológico de desenvolvimento de novos produtos através da extração de microcomponentes presentes na composição específica de cada farinha.

O conteúdo de fibra alimentar total (Tabela 7), presente em FMA, se apresentou significativamente maior em comparação à FMB. A FMA apresentou valor semelhante ao encontrado por Rose et al. (2010) de $52,6 \text{ g } 100\text{g}^{-1}$ para farelo convencional de milho. As farinhas se diferenciam quanto a composição de fibras alimentares insolúveis. FMA apresenta $36 \text{ g } 100\text{g}^{-1}$ do seu conteúdo total de fibras, composto por fibras alimentares solúveis, já o farelo de milho convencional segundo Rose et al. (2010) apresentam no máximo $0,26 \text{ g } 100\text{g}^{-1}$. Para Elleuch et al. (2011) o aumento do conteúdo de fibras alimentares nos alimentos agrega características funcionais como aumento na capacidade de absorção de água e de óleo, e melhoria na formação de géis. E ainda, o uso de componentes fibrosos em alimentos como (produtos de panificação, sobremesas, produtos cárneos, entre outros) podem modificar as propriedades de textura, bem como melhorar os processos de emulsificação e aumentar a vida de prateleira dos produtos.

Os altos teores de fibra alimentar solúvel (FAS), encontrados em FMA são amplamente desejados nos alimentos. As fibras solúveis em água retardam a passagem dos alimentos pelo intestino, auxiliando na absorção de nutrientes, e interagem com substâncias indesejáveis ao processo de digestão como as lipoproteínas de alta densidade (colesterol ruim) e o excesso de conteúdo de açúcares (KHOGARE, 2012).

Pelo alto conteúdo de fibras tanto de FMA quanto de FMB as farinhas podem ser classificadas como produtos fontes de fibras, de acordo com a Comissão Europeia (2006), por conter $1,5\text{g } 100\text{g}^{-1}$. Já de acordo com o *Codex Alimentarius*, FMA além de ser um alimento fonte de fibras, também pode ser denominado como rico em fibra, por conter mais de $6 \text{ g } 100\text{g}^{-1}$ de FAI.

Conforme Foschia et al. (2013) o uso de coprodutos no desenvolvimento de novos alimentos além de ser uma possível fonte de antioxidantes, oriundos da composição do grão, como os carotenoides, também é um forte método para incluir fibras alimentares como ingredientes funcionais e coadjuvantes de tecnologia diminuindo efeitos de sinérese, pelo aumento da absorção de água e ausência de

retrogradação, estabilização de emulsões de alimentos com altas concentrações de gorduras, modificação de textura e viscosidade. As altas concentrações de FAS na farinha de milho fibrosa ressalta a possibilidade desta possuir alta concentração de polissacarídeos como as gomas. As gomas são polissacarídeos solúveis em água, e que têm capacidade de aumentar a viscosidade da solução e de formar géis devido ao seu caráter altamente hidrofílico (ORDOÑEZ, 2007).

O conteúdo de FAT em FMB é maior em fibras alimentares insolúveis (FAI). Noort et al. (2010) observaram que o aumento nas concentrações de FAI interferem diretamente na absorção de água por massas de pão, afetando diretamente no rendimento do glúten, e consequentemente reduzindo o volume dos pães. Sendo assim, esta farinha não teria uma boa aplicação para produção de pães, no entanto poderia ser aplicada em produtos para alimentação especial, como os *free gluten*, por não apresentar em sua composição as proteínas do glúten do trigo.

Os conteúdos de amido encontrados em FMA e FMB apresentaram diferença significativa entre si ($p < 0,05$) (Tabela 7). Ambas as farinhas são oriundas da industrialização do amido, Geraldi et al. (2012) em estudo de coprodutos da industrialização do amido obtiveram as seguintes concentrações para seus respectivos resíduos: 58,05 g 100g⁻¹ para farelo de gérmen, 12,57 g 100g⁻¹ para *corn gluten meal* e 59,44 g 100g⁻¹ para *corn gluten feed*. Considerando que os resíduos obtidos neste estudo, representam uma mistura entre os três resíduos estudados pelos autores, os valores encontrados em FMA e FMB assemelham-se aos encontrados. Os teores para as farinhas desenvolvidas neste estudo ainda superam os valores encontrados por Rose et al. (2010) em farelo de milho, onde os encontrados pelos autores variam de 4 a 11,2 g 100g⁻¹.

Ambas as farinhas apresentaram baixos valores para açúcares redutores (Tabela 7). Os açúcares redutores podem reagir com as proteínas contidas nos alimentos e produzir pigmentos de cor pardo-escuro e modificações no odor dos alimentos, desejáveis ou não dependendo do alimento, essa reação é denominada reação de *Maillard* (ORDOÑEZ, 2007). Não há uma quantidade mínima de açúcares redutores para que ocorra a reação de *Maillard*, entretanto, considerando os maiores teores de proteína em FMB, a promoção do escurecimento não enzimático nesta farinha pode ser mais favorecida que em FMA.

As farinhas dos coprodutos de milho apresentaram altos teores de carboidratos, em FMA estes componentes são compostos principalmente por amido e fibras. Em

FMB cerca de 50% da composição, menor significativamente em relação à FMA, é composta por amido, o restante é dividida entre açúcares e fibras. Os valores encontrados para as farinhas são 12% maiores para FMA e 18% menores para FMA aos determinados na tabela de composição de alimentos (TACO, 2011) para farinha de milho amarela com valor de $79,1 \text{ g } 100\text{g}^{-1}$. A determinação dos carboidratos totais realizada por diferença, considera toda a composição do alimento, a farinha amarela comparada às farinhas deste estudo apresenta composição centesimal diferenciada em relação as analisadas, portanto devido as peculiaridades de cada farinha, esta variação pode ser observada para os valores de carboidratos totais.

Os valores encontrados para o fornecimento energético das farinhas apresentaram diferença significativa entre si ($p < 0,05$). Para uma dieta baseada em $2500 \text{ kcal dia}^{-1}$ o conteúdo energético encontrado em FMA para uma porção de 100g forneceria 16% do total energético recomendado diário, para FMB este valor aumenta para 20%.

Houve diferença significativa ($p < 0,05$) para os valores de acidez e pH das farinhas (Tabela 8). A FMB apresentou perfil mais ácido em relação à FMA. Foi observada uma redução no pH de FMB, e consequentemente um aumento da acidez. Para Feddern et al. (2007) a redução neste parâmetro pode ser gerado pelos processos de fermentação, entretanto é um ponto positivo, pois pode proporcionar uma melhora no período de conservação para a farinha, dada a produção de álcoois também gerados neste processo. Apesar da possibilidade de ampliação na vida de útil das farinhas, o pH exerce forte influência sobre a funcionalidade das proteínas, devido às várias funções proteicas dependerem do grau de ionização dos grupos ionizáveis reacionais na molécula proteica (SILVA et al., 2012).

Na tabela 8 é possível perceber que não houve diferença significativa para a atividade de água entre FMA e FMB. Níveis de atividade de água acima de 0,6 são considerados indesejáveis em alimentos, pois acima destes valores há maior facilidade de crescimento de microrganismos, entretanto em atividades de água muito baixas também pode haver presença de reações deteriorantes em alimentos (FERREIRA NETO; FIQUEIRÊDO; QUEIROZ, 2005). Ambas as farinhas apresentaram atividades de água entre 0,3 e 0,4. No entanto, com a presença de teores lipídicos pronunciados em FMA e FMB, pode haver maior instabilidade destas quanto aos processos oxidativos dos lipídios.

Tabela 8. Acidez (ml g⁻¹), pH, índice de solubilidade em água (ISA), índice de absorção de água (IAA), índice de absorção de óleo (IAO), atividade de água (aw), índice de peróxido (IP), parâmetros instrumentais de cor (L*, a*, b*), croma e °Hue de farinha fibrosa de milho (FMA) e farinha proteico/gordurosa de milho (FMB).

Padrões Físico Químicos	FMA	FMB
Acidez	1,79±0,07 ^b	3,22±0,11 ^a
pH	5,36±0,05 ^a	4,43±0,02 ^b
Índice de Solubilidade em Água (25°C)	4,06±0,23 ^{a1}	2,71±0,22 ^b
Índice de Absorção de Água (25°C)	1,59±0,17 ^{a2}	1,49±0,12 ^b
Índice de Solubilidade em Água (95°C)	3,70±0,41 ^a	2,12±0,49 ^b
Índice de Absorção de Água (95°C)	7,78±0,25 ^a	5,96±0,22 ^b
Índice de Absorção de Óleo	36,46±0,24 ^{a3}	4,58±0,23 ^b
Atividade de Água	0,38±0,01 ^a	0,37±0,02 ^a
Índice de Peróxido (Seco)	16,72±1,94 ^{b4}	24,88±2,86 ^a
L*	90,50±0,30 ^a	85,83±0,51 ^b
a*	0,88±0,11 ^b	4,84±0,13 ^a
b*	14,40±0,33 ^b	20,96±0,40 ^a
Croma	14,42±0,33 ^b	21,51±0,39 ^a
°Hue	86,47±0,00 ^a	76,99±0,00 ^b

*Valores acompanhados de letras iguais na mesma linha não apresentam diferença significativa entre si, segundo teste de Tukey (p<0,05). ¹ISA: g 100g⁻¹, ² IAA: g de gel (g de matéria seca⁻¹), ³ IAO: g de óleo (g de matéria seca⁻¹), ⁴ IP: meq 100g⁻¹.

Os índices de peróxido (IP) pós-secagem (Tabela 8) nas duas farinhas apresentaram uma elevação de 50% em relação ao conteúdo nos coprodutos úmidos. Em FMB que apresenta maior teor lipídico o IP foi significativamente maior que FMA (p<0,05), mesmo antes do processo de secagem (10,74 meq 100g⁻¹ para FMA, e 18,24 meq 100g⁻¹ para FMB). Esse resultado indica que a oxidação já é perceptível logo após a extração do amido. Thode Filho et al. (2013) identificaram que o óleo de milho comercial, exposto à luz e temperaturas de aproximadamente 30°C, após dois meses e meio de exposição pode apresentar uma aumento de 290% no índice de peróxido, se tratando de um óleo, mesmo com aditivos para conservação, sensível à reações de oxidação.

O índice de absorção de água (IAA) demonstra a quantidade de água absorvida pelo amido e pode ser usado como o índice de gelatinização, com o aumento da temperatura, desde que o amido não adsorva água à temperatura ambiente (ANDERSON, 1970). É possível observar que para FMA e FMB (Tabela 8) os

conteúdos de absorção de água são extremamente baixos a 25°C, demonstrando a mínima capacidade de absorção de água pelas farinhas à temperatura ambiente. Em FMB, a redução no IAA também pode estar relacionada aos elevados teores de lipídios, estes componentes hidrofóbicos rodeiam os grânulos de amido quando em presença de água, gerando um revestimento que impede o processo de absorção (SANTILLÁN-MORENO et al, 2011).

Com a elevação da temperatura o IAA também se eleva e, este comportamento se dá pelo estabelecimento do processo de gelatinização, onde os grânulos de amido aumentam seu poder de inchamento e retenção das moléculas de água, e se torna menos solúvel.

Santillán-Moreno et al. (2011) relataram que o aumento da concentração de fibras em amostras de farinhas pode elevar o grau de absorção de água, isto se deve à grande absorção da água pelas fibras, desta forma a gelatinização do amido e o intumescimento das fibras eleva o grau de absorção de água. Em FMA notou-se que o IAA foi mais pronunciado, essa farinha apresenta maiores teores de amido e uma grande concentração de fibras solúveis, que certamente estão relacionados à maior capacidade de absorção de água pela amostra, quando comparada à FMB.

O índice de solubilidade das farinhas (ISA) se apresentou menor em FMB quando comparado à FMA. Esse índice de solubilidade relata a quantidade de moléculas solúveis em água, e com o aumento da temperatura está relacionado à degradação de compostos moleculares dos produtos. O ISA de FMB se apresentou menor que de FMA a 25°C, para Lazou et al. (2010) tal fato pode ser atribuído ao comportamento hidrofóbico relacionado à moléculas insolúveis de ácidos graxos e proteínas.

Santillán-Moreno et al. (2011) afirmaram que as modificações geradas no ISA estão relacionadas às modificações geradas pelos teores de fibras responsáveis pelo aumento de IAA e redução de ISA, que são resultantes da interação entre amido-fibra-água e redução da solubilidade do produto. Tanto para FMA quanto para FMB esta afirmação pode ser válida devido à presença de fibras nas duas farinhas e aos seus conteúdos de amido disponível para gelatinização.

O índice de absorção de óleo encontrado em FMA apresentou-se 87% maior em comparação a FMB, em temperatura de 25°C. A capacidade de absorção de óleo de uma farinha é um fator importante de qualidade, pois, de acordo com Baljeet, Ritika e Roshan (2010) uma vez que melhora a sensação sensorial na boca e auxilia na retenção e manutenção do sabor do alimento.

Altindag et al. (2014) afirmam que os altos índices de absorção de óleo, em farinha de milho convencional, podem estar atribuídos a maior presença de proteínas hidrofóbicas. Estas proteínas apresentam maior capacidade de ligação com componentes lipídicos (OLADELE; AINA, 2007). Altos IAO se tornam importantes industrialmente devido ao fato de estes refletirem também a capacidade emulsionante de um produto (KAUR et al., 2007).

Os parâmetros instrumentais de cor (Tabela 8) permitiram observar que FMB apresenta maior perfil de cor amarelada, que FMA. Para Uenojo et al. (2007) os carotenoides fixam-se em componentes vegetais em complexação covalente com proteínas. Possivelmente as maiores concentrações proteicas de FMB em comparação a FMA, permitiram que a ligação de pigmentos carotenoides desta farinha seja maior, acarretando assim em menor luminosidade (L^*) e maiores valores para a^* e b^* . A presença da cor amarelada desta matéria prima possibilita a promoção de pigmentação atraente à produtos e consequentemente maior aceitação.

A maior luminosidade (L^*) e os menores valores dos parâmetros a^* e b^* , bem como o aumento no ângulo Hue de FMA, evidenciam a característica de cores próximas à neutralidade, da farinha de milho fibrosa, unida às características de composição proximal que indicam maior concentração de amido e fibras, quando comparada com FMB, torna essa farinha um possível ingrediente para a utilização em elaboração de novos produtos que requerem coloração mais clara.

A análise microscópica permitiu evidenciar a presença de vários grânulos de amido e fibras (Figura 11) em FMA, fato já esperado já que a farinha foi obtida de resíduos da casca, gérmen e pontas dos grãos de milho.

Os tamanhos dos grânulos de amido encontrados nas micrografias da farinha fibrosa apresentam concordância com os tamanhos dos grânulos de amido comercial encontrados por Hossen et al. (2011) com variações a partir de 12 μm . A figura 2D apresenta o dimensionamento dos grânulos encontrados para FMA com ampliação de 2000x em microscópio eletrônico de varredura.

As FMA e FMB foram obtidas do processamento de amido ceroso de milho via úmida. Jiranuntakul et al. (2011) estudaram amidos obtidos de amidos de milho ceroso e, os resultados das análises microscópicas apresentaram grânulos de formato elipsoidais ou de superfície irregular com variação dimensional entre 3 e 18 μm . Comportamento semelhante pode ser observado nos grânulos tanto de FMA quanto de FMB (Figura 12).

Os resultados das micrografias indicam que os grânulos encontrados em FMB apresentaram quantidade e dimensionamento menor, quando comparados aos de FMA nas micrografias. Em FMB também foi possível observar, além da presença de substâncias fibrosas, a recobertura dos grânulos por uma rede possivelmente proteica presente na composição da farinha.

Figura 11. Micrografias de farinha de milho fibrosa (FMA). (A) ampliação de 150x. (B) Ampliação de 1500x. (C) Ampliação de 1700x. (D) Ampliação de 2000x.

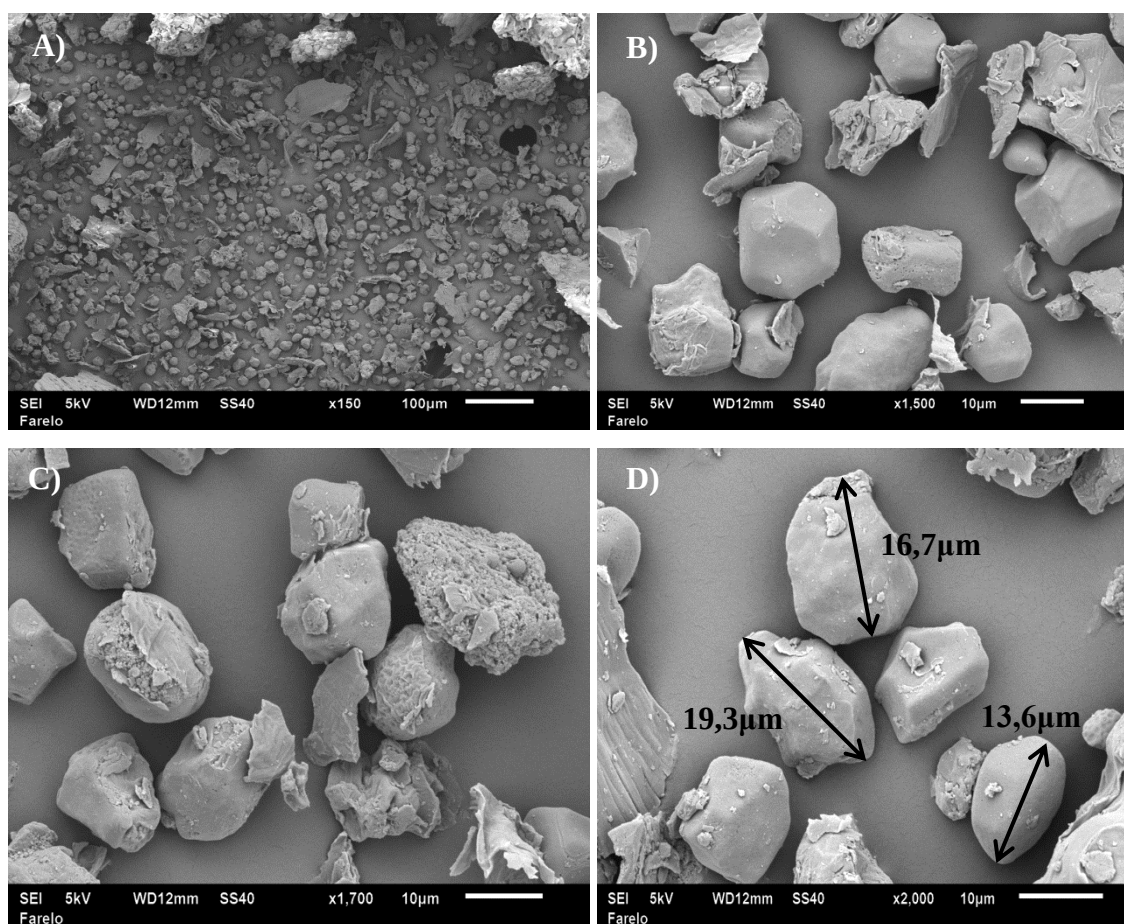
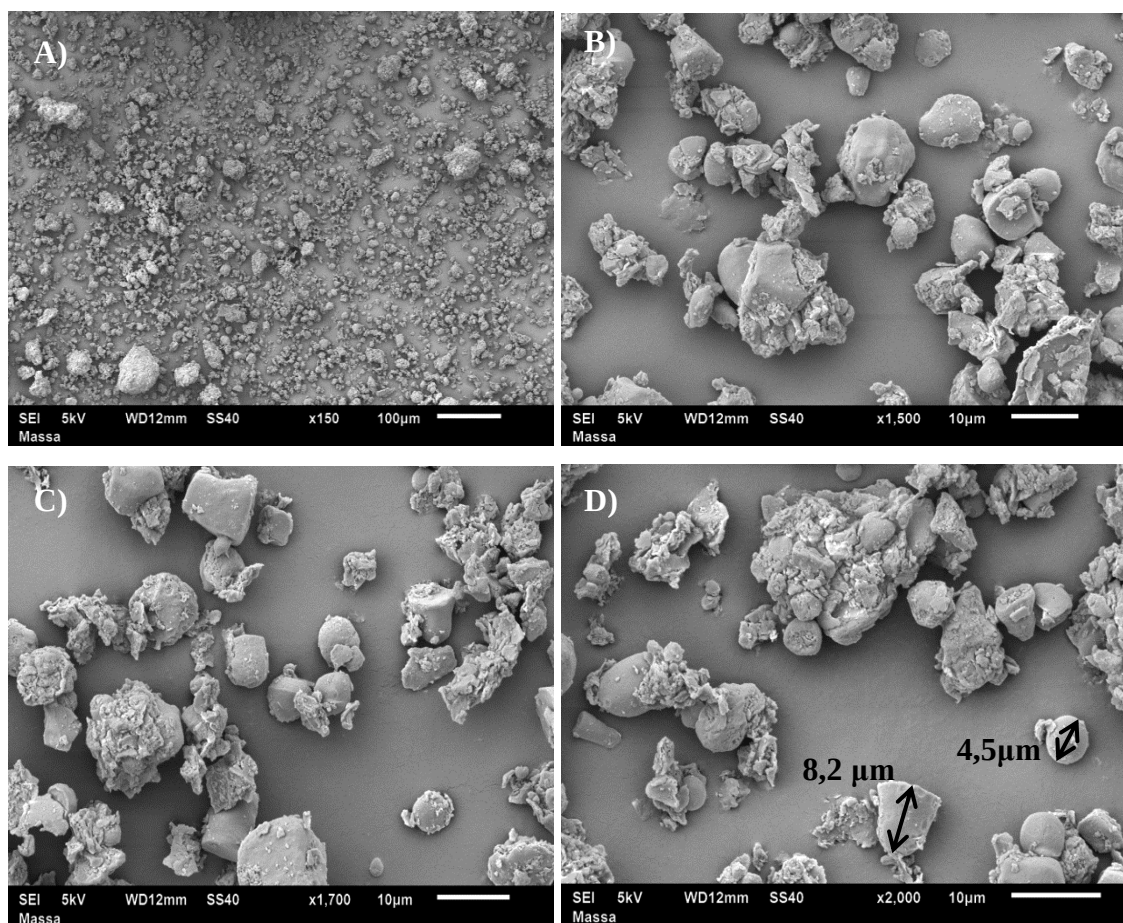


Figura 12. Micrografias de farinha de milho proteico/gordurosa (FMB). (A) ampliação de 150x. (B) Ampliação de 1500x. (C) Ampliação de 1700x. (D) Ampliação de 2000x.



A análise de propriedades de pasta (Tabela 9) demonstrou o comportamento das farinhas obtidas dos coprodutos de milho de forma a entender suas propriedades de pasta quando em presença de umidade, submetidas ao aquecimento e agitação mecânica e posterior resfriamento.

Os grânulos de amido presentes em FMA, com a elevação da temperatura, iniciaram o processo de inchamento aumentando sua viscosidade, até a temperatura de 95°C. O início do processo de gelatinização se deu à temperatura de 74,10°C, com uma viscosidade mínima de 693,67 cP. Aos 6 minutos (pico de viscosidade) com viscosidade de 732,33 cP, havendo constante agitação sob temperatura de 95°C houve a quebra da viscosidade. O *breakdown* acontece quando há o rompimento dos grânulos de amido liberando amilose, com posterior estabilização da viscosidade.

Com o resfriamento da suspensão para 25°C a viscosidade elevou-se até o final alcançando 1015,67 cP. Durante o resfriamento os polímeros de amilose e amilopectina

solubilizados começam a se reassociar e outro aumento na viscosidade é registrado, o *setback*, que demonstra a intensidade da tendência à retrogradação da farinha.

A farinha de milho proteico/gordurosa apresentou valores de tempo e temperatura de empaste significativamente baixos quando comparados à FMA ($p < 0,05$). Isto pode estar associado à maior presença de proteínas e lipídios na farinha, componentes hidrofóbicos que podem prejudicar o processo de gelatinização do amido (SCIARINI et al., 2010).

Tabela 9. Propriedades de pasta de farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico/gordurosa (FMB). Pico de gelatinização (*Peak*), Início de gelatinização (*Trough*), Viscosidade de quebra de gelatinização (*Breakdown*), Viscosidade final de gelatinização (*Final Viscosity*), Tendência à retrogradação (*Setback*) [cP], Tempo de pico de gelatinização (*Peak Time*) [min], Temperatura de Gelatinização (*Pasting Temperature*) [°C].

Propriedades de Pasta		
	FMA	FMB
<i>Peak</i>	732,33±9,50 ^a	14,00±1,00 ^b
<i>Trough</i>	693,67±8,62 ^a	6,33±0,58 ^b
<i>Breakdown</i>	38,67±1,52 ^a	5,67±0,57 ^b
<i>Final Viscosity</i>	1015,67±4,04 ^a	8,33±0,58 ^b
<i>Setback</i>	317,00±3,00 ^a	2,00±0,00 ^b
<i>Peak Time</i>	6,04±0,10 ^a	1,17±0,04 ^b
<i>Pasting Temperature</i>	74,10±0,13 ^a	49,88±0,06 ^b

*Valores acompanhados de letras iguais na mesma linha não apresentam diferença significativa entre si, segundo teste de Tukey ($p < 0,05$).

Em estudo da comparação entre amostras de farinha de arroz com conteúdos de proteína variando entre 14,3 e 29 g 100g⁻¹ e amostras de amido waxy de arroz com teores de proteína com variação de 1,2 a 2 g 100g⁻¹, Xie et al. (2008) observaram que o aumento na concentração de proteínas nas farinhas promoveu uma redução de 100% nos valores das propriedades de pasta dos produtos. Comportamento semelhante foi verificado por Sciarini et al. (2010) onde a adição de farinha de soja, com alto teor proteico, em substituição à farinha de milho em 20% de composição, reduziu significativamente de 1284 cP da farinha 100% de milho, para 852 cP, o pico de viscosidade, da farinha mista. Sendo assim, considerando as características estruturais e

de composição de FMB, pode-se explicar o decréscimo no comportamento de viscosidade da farinha em comparação à FMA.

A tabela 10 apresenta os dados referentes ao comportamento térmico das amostras de FMA e FMB em relação à etapa de gelatinização do amido. As amostras não apresentaram diferença significativa entre si ($p < 0,05$).

Tabela 10. Propriedades térmicas de farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico/gordurosa (FMB). Temperatura de início, meio e fim de gelatinização ($T_{G \text{ onset}}$, $T_{G \text{ midpoint}}$, $T_{G \text{ end}}$) [$^{\circ}\text{C}$], Capacidade Calorífica de Gelatinização [$\text{J g}^{-1} \text{ } ^{\circ}\text{C}^{-1}$] e Entalpia de gelatinização (ΔH_{gel}) [J g^{-1}].

Propriedades Térmicas		
	FMA	FMB
$T_{G \text{ onset}}$	69,10 $\pm$ 0,36 ^a	69,26 $\pm$ 0,04 ^a
$T_{G \text{ midpoint}}$	71,81 $\pm$ 0,33 ^a	71,64 $\pm$ 0,40 ^a
$T_{G \text{ end}}$	72,94 $\pm$ 0,18 ^a	72,59 $\pm$ 0,54 ^a
ΔC_p	4,15 $\pm$ 0,08 ^a	3,54 $\pm$ 0,83 ^a
ΔH_{gel}	4,34 $\pm$ 0,02 ^a	4,27 $\pm$ 0,04 ^a

*Valores acompanhados de letras iguais na mesma linha não apresentam diferença significativa entre si, segundo teste de Tukey ($p < 0,05$).

As temperaturas de pico de gelatinização ($T_{G \text{ onset}}$) de FMA e FMB apresentaram proximidade com as encontradas por Li et al. (2012), determinada em 68,76 $^{\circ}\text{C}$. Segundo Blaszczyk et al., (2007) a temperatura de gelatinização dos grânulos de amido depende da organização estrutural dos aglomerados de amilopectina. O tamanho dos cristais, a estrutura polimórfica e a energia livre de reação afetam diretamente o processo de gelatinização do amido. A temperatura de pico de gelatinização conforme Singh et al. (2003) possibilita uma noção qualitativa na mensuração da cristalinidade do amido presente nas amostras através da noção do comprimento das cadeias de dupla hélice. Para cereais como milho e arroz, esta temperatura se apresenta em maiores valores, devido principalmente as estruturas granulares mais rígidas e à presença de lipídios em sua composição (SINGH; SINGH, 2003).

A variação da capacidade calorífica entre as amostras de farinha fibrosa e proteico/gordurosa (FMA e FMB) não apresentaram diferença significativa entre si. Os valores encontrados para este fator nas amostras são semelhantes aos encontrados por Adedeji et al. (2012) em farinhas de *Detarium microcarpum*, sob mesma concentração

de amostra para a análise de propriedades térmicas. A variação da capacidade calorífica é diretamente influenciada pela zona de transição no comportamento que precede o derretimento dos cristais de amido (CHAM; SWANNAPORN, 2010).

A entalpia de gelatinização é a energia gasta durante este processo, os valores encontrados para as farinhas analisadas neste estudo equiparam-se as encontradas por Singh et al. (2006) para farinhas de milho doce ($3,70 \text{ J g}^{-1}$) e milho convencional da variedade Kisan ($4,76 \text{ J g}^{-1}$). Os autores afirmam que valores reduzidos para entalpias de gelatinização podem estar relacionados à presença de menor cristalinidade nos grânulos de amido. Entretanto fatores como morfologia dos grânulos de amido, porcentagem de grânulos grandes ou pequenos e presença de ésteres de fosfato tem sido também relatados como fatores de influência para os valores de entalpia de gelatinização (SINGH et al., 2003).

Quanto aos aspectos microbiológicos, assim como os coprodutos úmidos as farinhas FMA e FMB apresentaram perfil microbiológico de acordo com os valores máximos estabelecidos por Brasil (2001) para este grupo de alimentos (Tabela 11).

Tabela 11. Perfil microbiológico da farinha de milho fibrosa e da farinha de milho proteico/gordurosa.

Análises Realizadas	Resultados encontrados na análise		Limites Permitidos (VMP*)
	FMA	FMB	
Coliformes a 45°C/g	< 10 UFC/g	< 10 UFC/g	2×10^2 UFC/g
Estafilococos Coagulase +	< 100 UFC/g	< 100 UFC/g	10^3 UFC/g
<i>Bacillus Cereus</i> /g	< 100 UFC/g	< 100 UFC/g	10^3 UFC/g
Bolores e Leveduras	< 100 UFC/g	< 100 UFC/g	Não Estabelecido
<i>Salmonella sp</i> /g	Ausência em 25g	Ausência em 25g	Ausência em 25g

*VMP : Valor Máximo Permitido.

A partir desta percepção pode-se concluir que as farinhas obtidas no presente trabalho apresentam indicativos de boas condições higiênico sanitária oriundas tanto da matéria prima quando das condições de manipulação dos produtos.

5.1.4 Conclusão

As farinhas de milho fibrosa e proteico/gordurosa apresentam características específicas, dependentes da composição proximal e estrutural de cada uma. Ambas as farinhas se apresentaram como fonte alternativa de uso para elaboração de novos alimentos, e também de novas alternativas voltadas à biotecnologia.

Foi encontrado comportamento termo dependente das farinhas quanto à absorção e solubilidade de água, o que pôde ser avaliado através das propriedades de gelatinização das amostras principalmente nas características viscoamilográficas.

Tanto os coprodutos úmidos quanto as farinhas apresentaram qualidade higiênico-sanitária satisfatória, viabilizando o aproveitamento dos produtos para serem utilizadas em novos alimentos.

5.1.6. Referências Bibliográficas

AACC. American Association of Cereal Chemists. **Approved methods of the AACC**, method 61.02.01 (pasting properties), St. Paul, Ed. 11, 2012.

ADEDEJI, A. A.; ALAKALI, J.; ADEWALE, P. O.; NGADI, M. O. Thermophysical properties of *Dentarium microcarpum* seed flour. **LWT – Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 47, n. 1, p. 233-237, 2012.

ALTINDAG, G.; CERTEL, M.; EREM, F.; KONAK, U. I. Quality characteristics of gluten-free cookies made of buckwheat, corn, and rice flour with/without transglutaminase. **Food Science and Technology International**, Tóquio, v. 23, n. 2, p. 213-220, 2014.

ANDERSON, R. A.; CONWAY, H. F.; PEPLINSKI, B. S. Gelatinization of corn grits by roll cooking, extrusion cooking and steaming. **Starch**, Glasgow, v. 22, n. 4, p. 130-135, 1970.

ANDERSON, R. A.; CONWAY, H.F.; PFEIFER, V.F.; GRIF-FN, L. J. Gelatinization of corn grift by roll and extrusion cook. **Cereal Science Today**, Minneapolis, v. 14, n. 1, p. 4-11, 1969.

AOAC. Association of official analytical chemists (United States of America). **Official methods of analysis**, Washington, ed. 18, 2016.

AOCS. AMERICAN OIL OF CHEMISTRY'S SOCIETY. **Official Methods and Recommended Practices of AOCS**. Champaign: AOCS, 1991.

BALJEET, S. Y.; RITIKA, B. Y.; ROSHAN, L. Y. Studies on functional properties and incorporation of buckwheat flour for biscuit making. **International Food Research Journal**, Selangor, v. 17, n. 1, p. 1067-1076, 2010.

BLASZCZAK, W.; FORMAL, J.; KISELEVA, V. I.; YURYEV, V. P.; SERGEEV, A. I.; SADOWSKA, J. Effect of high pressure on thermal, structure and osmotic properties of waxy maize and Hylon VII starch blends. **Carbohydrate Polymers**, Kidlington Oxford, v. 68, n. 3, p. 387-396, 2007.

BORGES, J. T. S.; VIDIGAL, J. G.; SILVA, N. A. S.; PIROZI, M. R.; PAULA, C. D. Physicochemical and sensory evaluation of sandwich loaf containing wheat and quinoa flour. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v. 15, n. 3, p. 305-319, 2011.

BOYLES, S. Corn Gluten Feed. **Beef Information**, Ohio State University Extension, 2011. Disponível em: <<http://beef.osu.edu/library/gluten.html>>. Acesso em: 11 jun. 2016.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **RDCnº12 de 2 de Janeiro de 2001**. Regulamento técnico sobre padrões microbiológicos para alimentos. Brasília, DF: ANVISA, 2001. Disponível em: <http://bvsmms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2001/res0012_02_01_2001.html>. Acesso em: 13 mai. 2014.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução – CNNPA nº 12, de 1978. **Fixação dos padrões de identidade e qualidade de alimentos e bebidas**. Brasília, DF: ANVISA, 1978. Disponível em: <www.anvisa.gov.br/anvisa/legis/resol/12_78.htm>. Acesso em: 11 jun. 2016.

CALLEGARO, M. G.; DUTRA, C. B.; HUBER, L. S.; BECKER, L. V.; ROSA, C. S.; KUBOTA, L. H.; HECKTHEUR, L. H. Determination of insoluble, soluble and total dietary fiber of corn products. **Food Science and Technology**, Campinas, v. 25, n. 2, p. 271-274, 2005.

CHAM, S.; SUWANNAPORN, P. Effect of hydrothermal treatment of rice flour on various rice noodles quality. **Journal of Cereal Science**, Londres, v. 51, n. 1, p. 284-291, 2010.

ELLEUCH, M.; BEDIGIAN, D.; ROISEUX, O.; BESBES, S.; BLECKER, C.; ATTIA, H. Dietary fibre and fibre-rich by-products of food processing: Characterization, technological functionality and commercial applications: A review. **Food Chemistry**, Davis, v. 124, n. 1, p. 411-421, 2011.

EUROPEAN COMMISSION. Regulation (EC) No 1924/2006 of the European Parliament and of the Council of 20 December 2006 on nutrition and health claims made on foods. **Official Journal of the European Union**, p. 9-25, 2006.

FEDDERN, V.; FURLONG, E. B.; SOARES, L. A. S. Effects of fermentation on the physicochemical and nutritional properties of rice bran. **Food Science and Technology**, Campinas, v. 24, n. 4, p. 800-804, 2007.

FERREIRA NETO, J. C.; FIGUEIREDO, R. M. F. F.; QUEIROZ, A. J. M. S. Sensory evaluation and water activity of the seasoned cassava flour. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v. 29, n. 4, p. 795-802, 2005.

FORATO, L. A.; BRITTO, D.; SCRAMIN, J. A.; COLNAGO, L. A.; ASSIS, O. B. G. Mechanical and wetting properties of zein films extracted from corn gluten meal. **Polímeros**, v. 23, n. 1, p. 42-48, 2013.

FOSCHIA, M.; PERESSINI, D.; SENSIDONI, A.; BRENNAN, C. S. The effects of dietary fibre addition on the quality of common cereal products. **Journal of Cereal Science**, Londres, v. 58, n. 1, p. 216-227, 2013.

GERALDI, C.A.Q.; PEREIRA, N.C.; FRARE, L.M.; KLASSEN, T. Análise econômico-financeira de um novo processo de produção de derivados de milho. **Engevista**, Rio de Janeiro, v. 14, n. 2, p. 185-195, 2012.

GOLDSTEIN, J. I.; NEWBURY, D. E.; ECHIL, P.; ROMIG, A. D. J.; LYMAN, C. E.; FIORI, C.; LIFSHIN, E. **Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis**. New York: Plenum Press; 1992. 552 p.

GWIRTZ, J. A.; GARCIA-CASAL, M. N. Processing maize flour and corn meal food products. **Annals of the New York Academy of Sciences**, v. 1312, n. 1, p. 66-75, 2014.

HOSSEN, S.; SOTOME, I.; TAKENAKA, M.; ISOBE, S.; NAKAJIMA, M.; OKADOME, H. Effect of particle size of different crop starches and their flours on pasting properties. **Japan Journal of Food Engineering**, v. 12, n. 1, p. 29-35, 2011.

HUNTERLAB. **User's manual with universal software**. Reston, Hunterlab, v. 3, 1998.

IGLESIAS-PUIG, E.; HAROS, M. Evaluation of performance of dough and bread incorporating chia (*Salvia Hispanica* L.). **European Food Research Technology**, v. 237, n. 1, p. 865-874, 2013.

JIRANUNTAKUL, W.; PUTTANLEK, C.; RUNGSARDTHONG, V.; PUNCHARNON, S.; UTTAPAP, D. Microstructural and physicochemical properties of heat-moisture treated waxy and normal starches. **Journal of Food Engineering**, Maryland Heigh, v. 104, n. 1, p. 246-258, 2010.

KAUR, M.; SINGH, N.; SANDHU, K. S. Preparation and characterization of protein isolates from different lentil (*Lens culinaris*) cultivars. **Journal of Food Science and Technology**, Malden, v. 44, n. 1, p. 327-329, 2007.

KHOGARE, D. T. Effect of dietary fiber on blood lipid profile of selected respondent. **International Food Research Journal**, Selangor, v. 19, n. 1, p. 297-302, 2012.

KUNTS, R.; CHADE, J.; CHIARA, M. Alerta global. **Revista OESP Alimentação**, São Paulo, v. 2, n. 7, p. 8, 2008.

LAZOU, A.; KROKIDA, M. Functional properties of corn and corn-lentil extrudates. **Food Research International**, Campinas, v. 43, n. 1, p. 609-616, 2010.

LI, D.; FU, Z.; WANG, L.; ADHIKARI, B. Effects of partial gelatinization on structure and thermal properties of corn starch after spray-drying. **Carbohydrate Polymers**, Amsterdam, v. 88, n. 1, p. 1319-1325, 2012.

MOUREAU, R. A. (Ed.). **Corn Oil**. In: Vegetable oils in food technology: Composition properties and uses, 2 ed., Boca Raton: CRC Press, 2011, p. 278-293.

MUNIZ, M. B.; SILVA, F. L. H.; GOMES, J. P.; SILVA, C. G.; ALVES, M. F.; QUEIROZ, V. S.; LIMA, F. C. S. Elaboração, caracterização físico-química e sensorial de bolo formulado com farinha das vagens de algaroba. In: Congresso Brasileiro de Engenharia Química, 20, Florianópolis. **Anais**, 2014, p.1-6.

NOORT, M. W. J.; HAASTER, D. V.; HEMERY, Y.; SCHOLS, H. A.; HAMER, R. J. The effect of particle size of wheat bran fractions on bread quality – Evidence for fibre-protein interactions. **Journal of Cereal Science**, Londres, v. 52, n. 1, p. 59-64, 2010.

OLADELE, A. K.; AINA, J. O. Chemical composition and functional properties of flour produced from two varieties of tigernut (*Cyperus esculentus*). **African Journal of Cereal Science**, Lagos, v. 6, n. 21, p. 2473-2476, 2007.

ORDOÑEZ, J. A. (Ed.) **Proteínas**. In: Tecnologia dos alimentos, e processos, Porto Alegre: Artmed, v. 1, p.55-56, 2007.

RIBEIRO, R. D.; FINZER, J. R. D. Development of cookie successfully type biscuit flour corn cobs and banana peel. **FAZU em Revista**, Uberaba, v. 7, n. 1, p. 120–124, 2010.

ROSE, D. J.; INGLET, G. E.; LIU, S. X. Utilisation of corn (*Zea mays*) bran and corn fiber in the production of food components. **Journal of Science Food and Agriculture**, London, v. 90, n. 1, p. 915-924, 2010.

SAIRAM, S.; KRISHNA, A. G. G.; UROOJ, A. Physico-chemical characteristics of deffated bran and its utilization in a bakey product. **Journal of Food Science and Technology**, Malden, v. 47, n. 4, p. 478-483, 2011.

SANTILLÁN-MORENO, A.; MARTÍNEZ-BUSTOS, F.; CASTAÑO-TOSTADO, E.; AMAYA-LLANO, S. L. Physicochemical characterization of extruded blends of corn-starch-whey protein concentrate –*Agave tequilana* fiber. **Food Process and Biotechnology**, Dublin, v. 4, n.1, p. 797-808, 2011.

SCIARINI, L. S.; RIBOTTA, P. D.; LEÓN, A. E.; PÉREZ, G. T. Influence of gluten-free flours and their mixture on batter properties and bread quality. **Food Bioprocess Technology**, Dublin, v. 3, n. 1, p. 577-585, 2010.

SILVA, L. H.; COSTA, P. F. P.; NOMIYAMA, G. W.; SOUZA, I. P.; CHANG, Y. K. Physicochemical and technological characterization of whole soybean flour fermented by *Apergillus oryzae*. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v. 15, n. 4, p. 300-306, 2012.

SILVA, R. F.; ASCHERI, J. L. R.; PEREIRA, R. G. F. A.; MODESTA, R. C. D. Acceptability of biscuits and rice and extruded coffee-based cakes. **Food Science and Technology**, Campinas, v. 29, n. 4, p. 815-819, 2009.

SINGH, N.; SINGH, J.; KAUR, L.; SODHI, N. S.; GILL, B. S. Morphological, thermal and rheological properties of starches from different botanical sources. **Food Chemistry**, Davis, v. 81, n. 1, p. 219-231, 2003.

SINGH, J.; SINGH, N. Studies on the morphological and rheological properties of granular cold water soluble corn and potato starches. **Food Hydrocolloids**, Columbus, v. 17, n. 1, p. 63-72, 2003.

SINGH, N.; INOUCHI, N.; NISHINARI, K. Structural, thermal, and viscoelastic characteristics of starches separated from normal, sugary and waxy maize. **Food Hydrocolloids**, Columbus, v. 20, n.1, p. 923-935, 2006.

TACO. (Ed.). **Tabela brasileira de composição de alimentos**. 4 ed., Campinas: Universidade Estadual de Campinas, 2011, p. 34-35.

THODE FILHO, S.; CABRAL, G. B.; MARANHÃO, F. S.; SENA, M. F. M.; SILVA, E. R. Deterioration of vegetable oils exposed to diferente conditions of storage. **Revista Eletrônica em Gestão, Educação e Tecnologia Ambiental**, Santa Maria, v. 18, n. 1, p. 07-13, 2014.

TROMBINI, F. R. M.; LEONEL, M.; MISCHAN, M. M. Development of extruded snacks from blends of soya flour, cassava starch and bran. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 43, n. 1, p. 178-184, 2013.

UENOJO, M.; MARÓSTICA, R. J.; PASTORE, G. M. Carotenóides: propriedades, aplicações, e biotransformação para formação de compostos de aroma. **Química Nova**, São Paulo, v. 30, n. 3, p. 616-622, 2007.

WANG, Q.; PADUA, G. W. Properties of Zein films coated with drying oils. **The Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Davis, v. 53, n. 1, p. 3444-3448, 2005.

XIE, L.; CHEN, N.; DUAN, B.; ZHU, Z.; LIAO, X. Impact of proteins on pasting and cooking properties of waxy and non-waxy rice. **Journal of Cereal Science**, Londres, v. 47, n. 1, p. 372-379, 2008.

XUE, F.; LI, C.; LIU, Y.; ZHU, X.; PAN, S.; WANG, L. Encapsulation of tomato olerosin with zein prepared from corn gluten meal. **Journal of Food Engineering**, Maryland Heigh, v. 119, n. 1, p. 439-445, 2013.

ZILIC, S.; SERPEN, A.; AKILLIOGLU, G.; GOKMEN, V.; VANCETOVIC, J.
Phenolic compounds, carotenoids, anthocyanins, and antioxidant capacity of colored
maize (*Zea Mays* L.) kernels. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Davis, v.
60, n. 1, p. 1224-1231, 2012.

5.2 ARTIGO 2

PROPOSTA DE METODOLOGIA NUMÉRICA PARA SELEÇÃO DO MELHOR MODELO MATEMÁTICO PARA DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES DE SORÇÃO DE FARINHAS DE COPRODUTOS DA INDUSTRIALIZAÇÃO DO MILHO.

Resumo

A quantidade de água disponível nos alimentos para participação em reações enzimáticas e oxidativas bem como para a ampliação da facilidade de proliferação microbiana é um dos fatores mais importantes para os aspectos de conservação, armazenamento e desenvolvimento de novos produtos alimentícios. Os processos de sorção de umidade, formados pelas etapas de adsorção e dessorção em diferentes temperaturas, são parâmetros de estudo utilizados para melhor compreensão do comportamento resposta e interferência da umidade nas propriedades tecnológicas dos alimentos, o que pode ser evidenciado através de plotagens gráficas das curvas de sorção, sendo estas curvas denominadas isotermas de sorção. O aproveitamento de coprodutos da industrialização de milho têm tido um desenvolvimento significativo nos dias atuais, sendo que a elaboração de novos alimentos a partir destes coprodutos depende inclusivamente da análise comportamental destas matérias-primas em função da umidade, entre outros fatores. A partir deste princípio objetivou-se neste estudo, o estudo do comportamento de farinhas de dois diferentes coprodutos obtidos da moagem úmida de milho, expostas às temperaturas de 20, 30 e 40°C e de seus perfis de sorção em cada uma destas temperaturas, adequando às curvas experimentais a diferentes modelos existentes. Como resultado ficou evidenciado o comportamento de curvas de sorção tipo III para ambas as farinhas, e também verificada adequação matemática para diferentes modelos. A metodologia numérica proposta indicou um modelo que melhor representou as matérias-primas em relação ao seu comportamento de sorção nas diferentes temperaturas, sendo este o de Peleg. As isotermas encontradas para as farinhas representam caracteristicamente seu comportamento nas diferentes temperaturas e é possível verificar as alterações sofridas na estrutura do produto com o aumento ou diminuição da atividade de água em relação às temperaturas de exposição.

Palavras-chave: umidade, resíduos, adsorção, dessorção, atividade de água.

5.2.1 Introdução

Nas operações de secagem e no armazenamento de materiais sólidos, é de extrema importância entender o comportamento de higroscopicidade destes produtos; pois a quantidade de água em um alimento não é propriamente a principal determinante da estabilidade do mesmo. A disponibilidade da água para interações e não estritamente

sua quantidade, é o fator mais importante quando estudada a higroscopicidade de um produto, essa disponibilidade da água nos alimentos é determinada pela atividade de água (a_w) (ROBERTSON, 2009).

Quando há o equilíbrio entre a umidade do alimento e a umidade do ambiente dá-se a umidade relativa de equilíbrio (URE). A umidade relativa de equilíbrio quando representada fora do padrão de porcentagem é definida como atividade de água (a_w), variando entre valores de 0 a 0,9 (ORDOÑEZ, 2007). Os conceitos de URE e a_w permitem afirmar que os alimentos podem perder ou ganhar água quando expostos ao ambiente (COULTATE, 2007).

A relação entre a atividade de água e o conteúdo de água em um alimento pode ser demonstrada nas isotermas de sorção de umidade. As isotermas são uma importante ferramenta, especialmente para alimentos com baixo teor de umidade. Podem ser aplicadas na otimização dos processos de secagem e hidratação de alimentos, bem como nos estudos de determinação de estabilidade do produto e tempo ideal de armazenamento (GOULA et al., 2008). As isotermas de sorção representam as curvas de equilíbrio formadas pelas umidades de equilíbrio de cada material, correspondentes às umidades relativas para cada dada temperatura (LEWICKI, 2009).

Se analisarmos a atividade de água somente como o conteúdo de umidade de equilíbrio é difícil à percepção da validade destes dados para verificar a qualidade de um alimento, porém ao visualizarmos pelo lado de disponibilidade da água é evidente a aplicação das isotermas para avaliação de zonas de aumento de atividade microbológica, reações enzimáticas e de oxidação nos alimentos (PARK et al., 2008).

As isotermas de sorção são dadas em duas curvas características a adsorção e a dessorção. Estes processos não são totalmente reversíveis, portanto a distinção entre os sistemas de adsorção e dessorção permitem verificar o aumento ou redução do conteúdo de umidade no alimento (ANDRADE et al., 2011). Quando a adsorção e a dessorção apresentam características diferentes entre as umidades de equilíbrio, este fenômeno é denominado histerese. A histerese demonstra as modificações estruturais e conformacionais no rearranjo dos materiais alimentícios ao receber ou perder umidade, que alteram energeticamente o acesso aos sítios polares prejudicando a movimentação na adsorção e dessorção da água (MAGEE et al., 2004).

Muitos modelos empíricos e semi-empíricos descrevem as características de sorção aplicáveis para diferentes tipos de produtos alimentícios, ou para faixas seletas de atividade de água, bem como auxiliam na identificação da dependência da

temperatura para análise do comportamento de higroscopicidade dos produtos (TROGUL; ARSLAN, 2007).

A equação de GAB (Guggenheim-Anderson-de Boer) é a mais amplamente utilizada em alimentos, sendo o seu desenvolvimento baseado na teoria de adsorção de BET (Brunauer-Emmet-Teller), uma das equações iniciais no estudo das teorias de sorção (GÁLVEZ et al., 2006).

Assim é notável a necessidade do conhecimento das propriedades de sorção em novos produtos de caráter alimentício, portanto o objetivo deste trabalho foi determinar experimentalmente as isotermas de sorção de umidade de farinhas oriundas de coprodutos da industrialização do milho, com perfil de aproveitamento alimentício, verificando seu comportamento quando aplicadas as temperaturas de 20, 30 e 40°C, e adequando o comportamento destas isotermas aos modelos de teorias de adsorção através de modelagem matemática com correlação estatística e propondo metodologia para seleção da curva que mais se adapta ao fenômeno.

5.2.2 Material e Métodos

As farinhas utilizadas para análise de isotermas foram obtidas a partir de coprodutos da moagem por via úmida do milho. Os coprodutos foram adquiridos na empresa FEBELA Agroindustrial Ltda., localizada na cidade de Bela Vista de Goiás, Goiás, Brasil. Após a obtenção, os coprodutos foram imediatamente desidratados em bandejas de estufa de circulação forçada (TECNAL, TE-394/4, Piracicaba-SP, Brasil) em temperatura constante de 55°C, durante o período de 24 horas. Os coprodutos secos foram moídos em moinho de facas (TRAPP, TRF90 Júnior, Jaraguá do Sul-SC, Brasil), com peneira 30 *mesh* obtendo-se a farinha de milho fibrosa (FMA), e a farinha de milho proteico-gordurosa (FMB).

As isotermas de sorção foram obtidas conforme metodologia 978.18 da AOAC (2016) através do uso de determinador eletrônico de isotermas (ACQUASORP, *Isotherma Generator*, Washington, USA). Foram utilizadas amostras uniformes de cada farinha pós secagem. As amostras analisadas foram dispostas em massas entre 0,6 e 0,8 g, em dispositivo metálico do equipamento nas temperaturas de 20, 30 e 40°C, para simulação de possíveis temperaturas de armazenamento, segundo as condições climáticas locais, com padrão de atividade de água variando entre 0,1 e 0,85 conforme

estabelecido pelo fabricante do equipamento, e com fluxo padronizado de 300 ml min⁻¹. A mudança de peso foi convertida em conteúdo de umidade (% b.s.) a partir da determinação inicial da quantidade de umidade. Foram determinadas instrumentalmente as curvas de adsorção e dessorção.

Foram utilizados 9 modelos (BET, GAB, Oswin, Peleg, Chirife, Smith, Halsey, Langmuir e Chen), para avaliação da adequação destes junto às curvas de adsorção de cada farinha em cada temperatura. Os modelos (Tabela 12) foram escolhidos por apresentarem correlação significativa às isotermas de outras farinhas de caráter alimentício (ANDRADE et al., 2011; BRETT et al., 2009; BEJAR et al., 2012).

Tabela 12. Modelos matemáticos selecionados para avaliação do ajuste de comportamento das isotermas de adsorção e dessorção de farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico-gordurosa (FMB), nas temperaturas de 20, 30 e 40°C.

Nome do Modelo	Equação
BET	$M_w = \frac{M_0 C a_w}{(1 - a_w)(1 + (C - 1)a_w)}$
Oswin	$M_w = C \left(\frac{a_w}{1 - a_w} \right)^n$
Halsey	$M_w = \left(-\frac{C}{\ln a_w} \right)^{\frac{1}{n}}$
GAB	$M_w = \frac{M_0 C K a_w}{(1 - K a_w)(1 - K a_w + C K a_w)}$
Peleg	$M_w = C_1 a_w^{C_3} + C_2 a_w^{C_4}$
Chirife & Iglesias	$M_w = \exp (A + B \cdot \ln[C - \ln a_w])$
Smith	$M_w = A + (B \cdot \log[1 - a_w])$
Langmuir	$M_w = \frac{M_0 C a_w}{1 + (C a_w)}$
Chen	$a_w = \exp(k + (A e^{B M_w}))$

Fonte: ANDRADE et al. (2011), PARK et al. (2008).

A determinação do modelo mais adequado às isotermas de sorção foi realizada através do Software Statistica versão 7.0 (STATSOFT, 2007, Tulsa, EUA). Os dados experimentais gerados foram utilizados para o cálculo dos valores adimensionais para os coeficientes de cada respectivo modelo, sendo realizada a análise de estimativa não linear.

Os critérios adicionais para avaliação do melhor ajuste dos modelos matemáticos das isotermas de sorção foram o coeficiente de determinação (R^2), valor do Qui-quadrado reduzido (χ^2), raiz do quadrado médio do erro (RQME) e erro médio em relação de porcentagem (P), conforme utilizados por Chisté et al. (2012) e Talla (2014).

A partir dos dados preditos, observados e residuais, para FMA e FMB em cada temperatura de análise, foram estratificados os fatores estatísticos em ordem crescente de acordo com a Regra de Distribuição de Frequências de Sturges (STURGES, 1926), de forma a possibilitar a análise de cada fator pela quantificação de *scores* (Apêndice A). As faixas de distribuição de frequências foram separadas em valores máximos e mínimos variando de zero para os valores mínimos a seis para valores máximos, sendo atribuídos como *scores*.

Posteriormente os valores obtidos nos coeficientes de determinação (R^2), Qui-quadrado reduzido (χ^2), raiz do quadrado médio do erro (RQME) e erro médio em relação de porcentagem (P), foram interpolados e determinados os respectivos *scores* em cada temperatura para adsorção e dessorção. Foi realizada a interpolação destes valores pela linearização dos valores de *scores* correspondentes em cada faixa de distribuição de frequência.

Os modelos mais adequados foram selecionados através da soma total de *scores*, onde os modelos com menores valores atribuídos foram considerados os que apresentaram melhores ajustes perante as amostras experimentais.

A validação da metodologia foi feita pelo uso do fator padronizado de desvio residual entre os valores observados e preditos, em cada modelo conforme (OYELADE et al., 2008).

A determinação do melhor modelo pelo uso do sistema de resíduo padronizado foi realizada pela análise do comportamento não aleatorizado e variância de erros constantes conforme utilizado por Togrul e Arslan (2007). A correlação estatística através do coeficiente de determinação (R^2), entre os modelos escolhidos preditos e os dados experimentais foi utilizada para comprovação do ajuste pelo modelo determinado (Chuma et al., 2012).

5.2.3 Resultados e Discussões

As isotermas de sorção para FMA e FMB nas temperaturas de 20, 30 e 40°C estão apresentadas nas figuras 13 e 14. As curvas apresentam formato exponencial expressando um aumento na umidade de equilíbrio com o aumento da atividade de água para ambas as farinhas, podendo ser classificadas como tipo III, de acordo com a classificação de BET. Para Thys et al. (2010), nas curvas classificadas como tipo III, em atividades de água (a_w) baixas, a água é somente adsorvida nos sítios de ligação superficiais e com o aumento da a_w , há dissolução dos componentes solúveis e consequentemente aumento da umidade.

O resultado obtido se assemelha ao encontrado por Samapundo et al. (2007) em grãos de milho amarelos. As isotermas do tipo III também são conhecidas como modelo de Flory-Huggins, e expressam graficamente a viabilidade e natureza espontânea de um processo de adsorção, através da derivação do grau de características da cobertura superficial do adsorvente pelo adsorbato (FOO; HAMMED, 2010).

A composição das duas farinhas é relativamente diferente, uma fibrosa (FMA), outra proteico-gordurosa (FMB). Ao comparar as isotermas de FMA e FMB é possível perceber, que o caráter de FMA, fibroso e menos lipídico em comparação à FMB, permitiu um aumento na umidade relativa de equilíbrio. Isto também foi observado por Roca et al. (2006) em bolos de formulação exclusivamente proteica e com adição de gorduras. Segundo os autores ao saber que o comportamento de sorção está diretamente relacionado com a quantidade de componentes higroscópicos, o aumento de componentes hidrofóbicos influenciariam no comportamento da isoterma de sorção, aumentando ou diminuindo a umidade relativa de equilíbrio.

Quando comparadas, as figuras 13 e 14 nota-se maior conteúdo de umidade nas amostras de FMA em relação à FMB nas três temperaturas. Segundo Ayranci e Duman (2005) isto pode estar relacionado à menor capacidade de retenção de água em amostras com maiores teores de compostos proteicos, como por exemplo, isolados de proteínas. A farinha de milho proteico/gordurosa (FMB) por sua composição característica apresenta maior presença de componentes hidrofóbicos quando comparada à FMA, e torna a amostra menos higroscópica e consequentemente a induz a uma menor absorção de água.

Tanto para FMA, quanto para FMB é notável que houve influência da temperatura no comportamento das isotermas de sorção. Em FMA no ponto de

atividade de água de 0,77, nas respectivas temperaturas de 20, 30 e 40°C as umidades de equilíbrio correspondentes foram 4,139, 15,28 e 14,59 g 100g⁻¹ em base seca (b.s.). Já para FMB, nos mesmos pontos os valores foram de 8,458, 7,215 e 8,403 g 100g⁻¹ (b.s.). Para FMA com o aumento da temperatura houve também uma elevação da umidade. Tal fato também foi observado por Ileleji e Kingsly (2009) em resíduo de farelo de milho seco oriundo de processos de destilação, segundo os autores este comportamento é tipicamente atribuído a compostos com altos teores de fibras e amido, concordando com os resultados de FMA.

Conforme Chen (2000) para a matéria prima, milho e seus derivados, a correlação entre temperatura e conteúdo de umidade de equilíbrio é negativa. Ao elevar a temperatura de 30°C para 40°C foi observada uma redução no conteúdo da umidade de equilíbrio em FMA. Segundo Samapundo et al. (2007), que encontraram o mesmo comportamento em grãos de milho inteiros, o aumento na temperatura induz à transformações físicas e químicas no alimento que podem reduzir o número de sítios ativos que permitem a ligação com a água. Este aumento na temperatura eleva os níveis energéticos e diminui a estabilidade de moléculas de água promovendo seu desligamento dos sítios ativos presentes na matriz da composição do alimento (PERDOMO et al., 2009).

Para a FMB o aumento de temperatura de 20°C para 30°C fez com que esta se comportasse conforme os estudos de Moreira et al. (2010) em farinha de castanha seca e desengordurada, onde a umidade de equilíbrio apresentou aumento com a elevação da temperatura. Segundo Galvéz et al. (2006) este comportamento pode ser explicado pelo aumento da atividade enzimática nas farinhas de milho e do movimento entre as moléculas de água, carboidratos e proteínas. As principais enzimas presentes em grãos amiláceos são as alfa e beta amilases, estas enzimas apresentam sua atividade ótima entre 40 e 70°C, e quebram o amido presente no grão em oligossacarídeos menos complexos como a maltose e a glicose (KOBLITZ, 2013).

Mesmo com o uso do processo de secagem para preparação das farinhas FMA e FMB a temperatura utilizada nesta operação não foi alta o suficiente para que pudesse provocar a desnaturação dessas proteínas nas matérias primas, desta forma ao elevar a temperatura de análise de 30°C para 40°C possivelmente foi facilitada a ativação enzimática, podendo através dos produtos originados deste processo ter aumentado os níveis de componentes solúveis.

Figura 13: Curvas de sorção de farinha fibrosa (FMA) nas temperaturas de 20°C (A), 30°C (B) e 40°C (C) respectivamente.

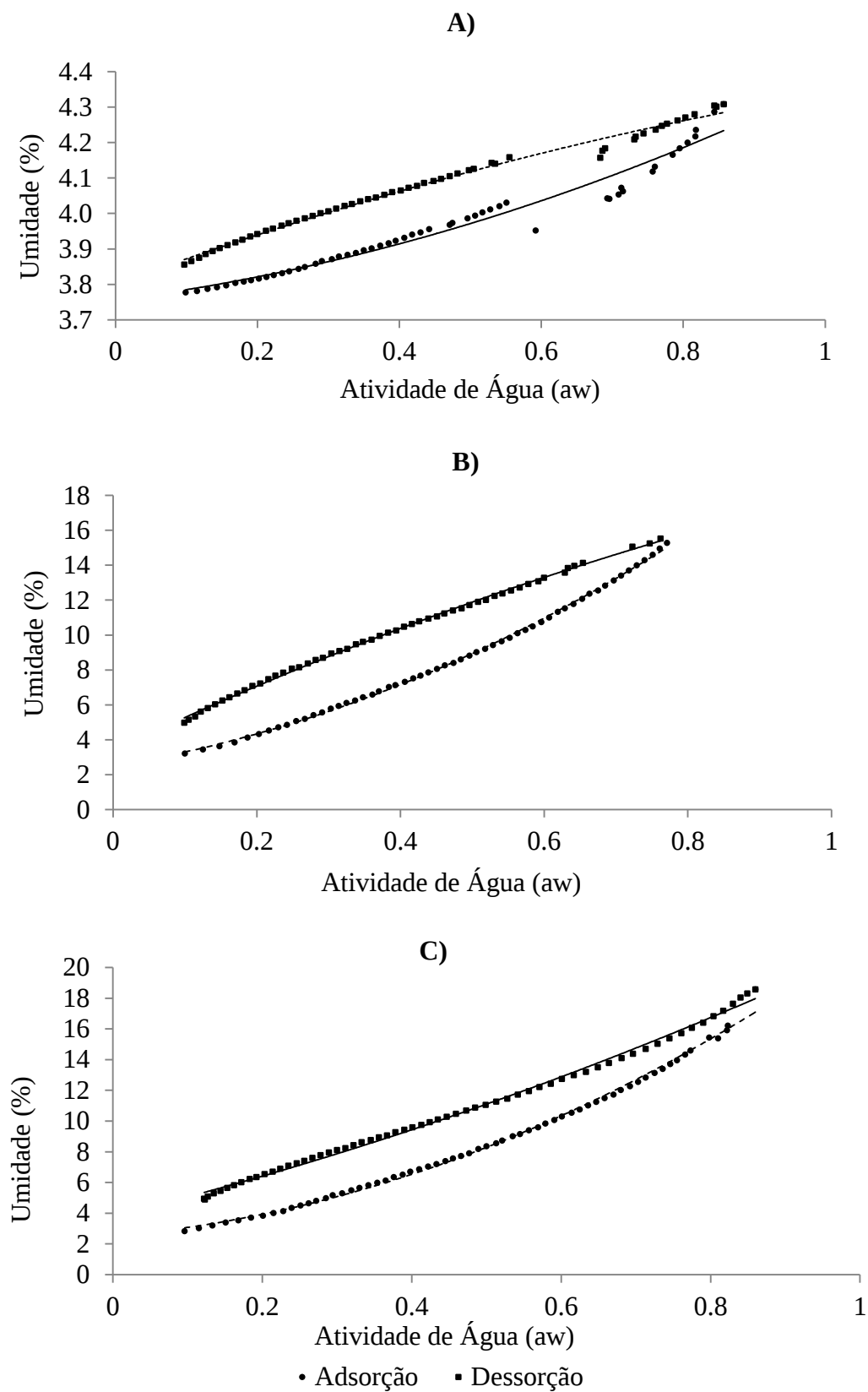
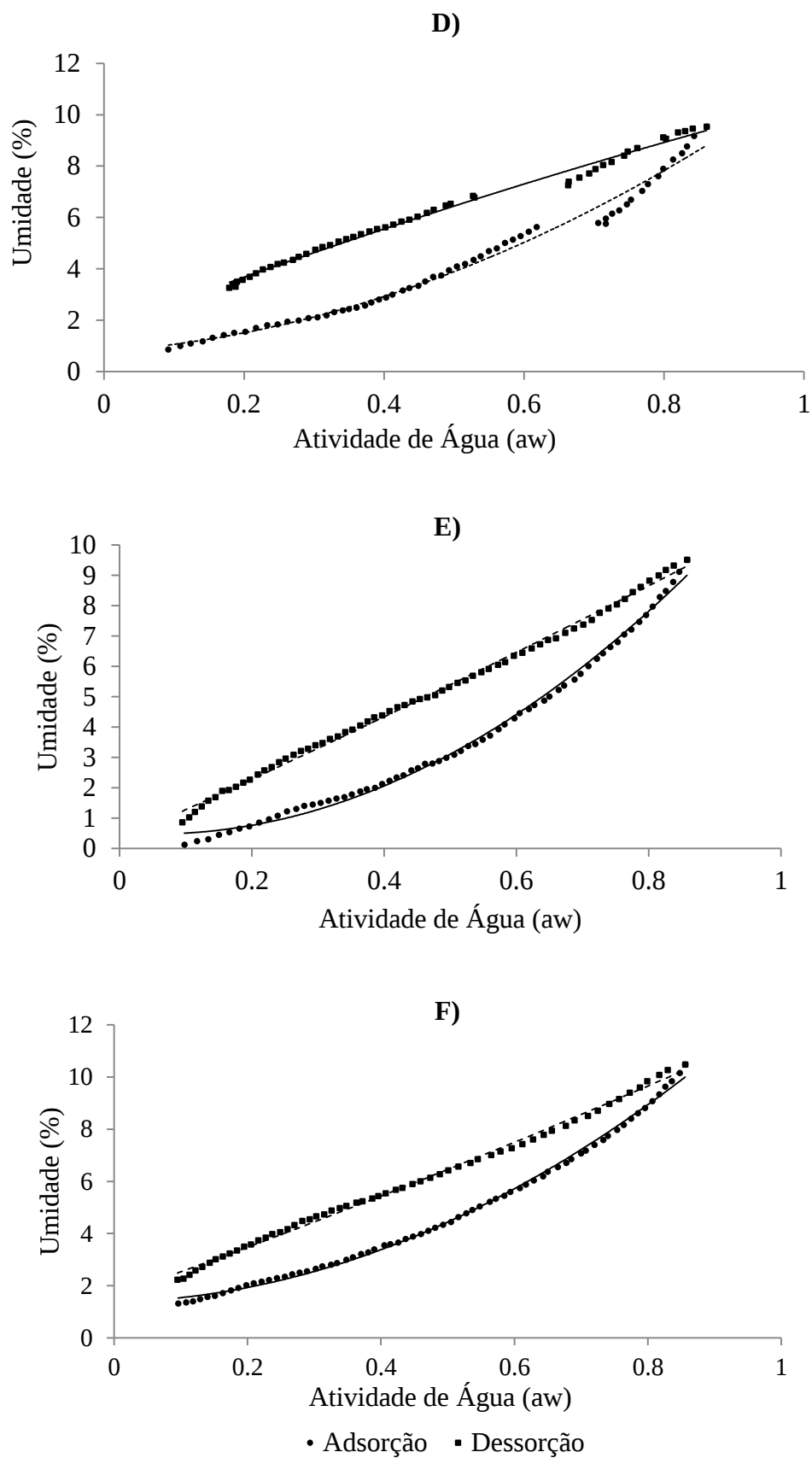


Figura 14: Curvas de sorção de farinha proteico-gordurosa (FMB) nas temperaturas de 20°C (D), 30°C (E) e 40°C (F) respectivamente.



Brett et al. (2009) encontraram comportamento semelhante em farelos de arroz e aveia, e relatam que a melhor disponibilidade de sítios ativos de ligação com o aumento da temperatura, bem como o aumento da concentração de grupos hidrofílicos em alta atividade de água podem provocar reações de diluição endotérmica dos açúcares gerando o aumento no conteúdo de umidade à temperaturas mais elevadas.

As farinhas FMA e FMB oriundas do processamento de amido podem apresentar características semelhantes a farinhas com teores elevados de amido, nestas condições de temperaturas mais elevadas, conforme observado por Perdomo et al. (2009), os grânulos de amido em estado vítreo podem iniciar o processo de transição vítrea e adquirir propriedades amorfas, levando à maior mobilidade das moléculas. Consequentemente o conteúdo para ligação com água disponível de hidroxilas é ampliado, e se torna mais facilitado o processo de sorção, de modo a aumentar ou reduzir os teores de umidade conforme a composição base dos produtos.

Nas curvas de sorção estudadas também foi possível observar o fenômeno de histerese entre as curvas de dessorção e adsorção, a histerese é observada quando a umidade de equilíbrio estabelecida para o processo de dessorção é maior que a encontrada para a adsorção.

De acordo com Al-Muhtaseb et al. (2004) a histerese é derivada de fenômenos termodinamicamente irreversíveis ocorridos entre os processos de dessorção e adsorção. O encolhimento dos produtos, que ocorre após os processos de secagem promove uma redução na capacidade de ligação da água com a matriz do alimento dificultando assim o processo de adsorção. Para ambas as farinhas as variações de histerese nas faixas de atividades de água entre 0,5 e 0,7, apresentam valores semelhantes para as temperaturas de ensaio, porém é possível observar que com o aumento da temperatura o fenômeno de histerese é reduzido.

A diminuição na variação da histerese, com o aumento da temperatura, pode estar associada às características de cada farinha quando da sua estrutura sólida, segundo Raji e Ojediran (2011) com a elevação da temperatura há a expansão dos sólidos e facilitação da abertura dos poros de transporte aquoso, portanto a perda de umidade na dessorção se torna mais rápida.

O comportamento da histerese nas farinhas FMA e FMB também pode ser explicado pela classificação feita por Wolf et al. (1972) para os tipos de histerese, dos quais tanto FMA quanto FMB se enquadram em termos de composição. Segundo o autor, em alimentos com altos índices de proteína, como em FMB, a histerese se inicia

em atividades de água elevadas e se estende regressivamente até a atividades de água extremamente baixas. Já em alimentos amiláceos e fibrosos, FMA por exemplo, os fenômenos de histerese apresentam maior variação entre as curvas de adsorção e dessorção em valores de atividades de água abaixo de 0,7.

Os parâmetros para as curvas de sorção das farinhas FMA e FMB estão dispostos nas tabelas 13, 14, 16 e 17 respectivamente, juntamente com os parâmetros estatísticos de coeficiente de determinação (R^2), qui-quadrado reduzido (χ^2), erro médio em relação de porcentagem (P) e raiz do quadrado médio do erro (RQME).

Os modelos de Peleg e Chirife apresentaram coeficientes de determinação (R^2) com valores entre 0,98 e 0,99. Os valores de qui-quadrado reduzido e raiz do quadrado médio do erro, quando avaliadas para o modelo de Chirife apresentaram valores baixos e semelhantes aos encontrados no modelo de Peleg, bem como os valores de erro padrão em porcentagem.

Nos processos de dessorção, para FMA, os modelos de GAB e Peleg apresentaram ambos coeficientes de determinação (R^2) acima de 0,99, como em todos os modelos estudados. Os valores dos demais parâmetros estatísticos se apresentaram baixos permitindo uma baixa soma de *scores* (Tabela 15) para os dois modelos dentro do padrão de escolha de melhor ajuste.

Valores dos coeficientes estatísticos de Qui-Quadrado reduzido representam melhores ajustes específicos para as curvas de adsorção e dessorção sistematicamente sendo assim quanto mais alto o valor deste parâmetro pior é a adequação do modelo aos dados experimentais (FOO; HAMEED, 2010). A análise da Raiz do Quadrado Médio do Erro é aplicada é utilizada para determinação da acurácia do modelo onde quanto menor o valor atribuído a este parâmetro melhor o comportamento do modelo predito (HALLAK; PEREIRA, 2011). O valor do erro padrão em porcentagem adotado como ideal são de módulos abaixo de 5%, valores abaixo deste estabelecido indicam bom ajuste do modelo aos dados experimentais (CHISTÉ et al., 2012).

A partir dos dados obtidos para a adsorção é possível entender que devido as características de melhor ajuste dos dados preditos pelos modelos, Chirife seria o modelo que mais se adequaria ao comportamento da isoterma de adsorção em FMA, em todas temperaturas analisadas.

Tabela 13. Valores estimados para os coeficientes dos modelos e fatores estatísticos das curvas de adsorção em farinha fibrosa (FMA).

Modelo	Temperatura				Fatores Estatísticos			
		20°C	30°C	40°C		20°C	30°C	40°C
Oswin					R ²	0,9535	0,9976	0,9935
	<i>C</i>	3,99	8,77	8,16	χ^2	0,0010	0,0249	0,1052
	<i>n</i>	0,03	0,48	0,47	RMQE	0,0303	0,1550	0,3191
					P (%)	0,5370	1,8323	3,7427
BET					R ²	0,5733	0,9545	0,9214
	<i>M₀</i>	4,12	12809,27	28504,31	χ^2	0,0080	0,5488	1,2782
	<i>C</i>	61,69	0,001	0,0004	RMQE	0,0919	0,7272	1,1122
					P (%)	1,8306	8,9372	10,8341
GAB					R ²	0,9532	0,9986	0,9978
	<i>M₀</i>	3,71	6,66	6,51	χ^2	0,0010	0,0172	0,0368
	<i>C</i>	1,8E+8	6,51	5,59	RMQE	0,0304	0,1275	0,1870
	<i>K</i>	0,14	0,78	0,77	P (%)	0,4185	1,4565	2,2676
Peleg					R ²	0,9799	0,9998	0,9980
	<i>C₁</i>	4,06	9,10	11,00	χ^2	0,0004	0,0022	0,0330
	<i>C₂</i>	1,01	13,77	12,80	RMQE	0,0199	0,0452	0,1757
	<i>C₃</i>	0,03	0,49	0,64	P (%)	0,4078	0,6090	1,6692
	<i>C₄</i>	8,42	2,52	3,42				
Chirife					R ²	0,9792	0,9998	0,9984
	<i>A</i>	1,36	2,56	0,54	χ^2	0,0004	0,0023	0,0262
	<i>B</i>	-0,04	-1,35	2,39	RMQE	0,0203	0,0464	0,1579
	<i>C</i>	-0,09	0,62	-1,32	P (%)	0,3859	0,6090	1,2100
Halsey					R ²	0,9787	0,9884	0,9886
	<i>A</i>	7,80E+12	12,28	10,72	χ^2	0,0012	0,0009	0,0004
	<i>B</i>	21,79	1,34	1,33	RMQE	0,0335	0,0203	0,0202
					P (%)	5,5308	5,2025	4,9303
Langmuir					R ²	0,6379	0,9826	0,9843
	<i>M₀</i>	4,14	14086,80	32505,19	χ^2	0,0075	0,2103	0,1403
	<i>C</i>	64,56	0,001	0,0005	RMQE	0,0847	0,4501	0,3677
					P (%)	1,6843	5,7304	5,3559
Chen					R ²	0,8062	0,9982	0,9970
	<i>K</i>	-2,32	-0,13	-0,09	χ^2	0,0096	0,0001	0,0001
	<i>A</i>	0,004	-3,69	-3,36	RMQE	0,0953	0,0080	0,0099
	<i>B</i>	1,47	-0,21	-0,21	P (%)	27,7677	2,1912	3,1931
Smith					R ²	0,9676	0,9972	0,9956
	<i>A</i>	3,77	2,53	2,30	χ^2	0,0007	0,0340	0,0721
	<i>B</i>	-0,26	-8,92	-8,34	RMQE	0,0253	0,6619	0,2642
					P (%)	0,5426	6,2297	3,2077

Tabela 14. Valores estimados para os coeficientes dos modelos e fatores estatísticos das curvas de dessorção em farinha fibrosa (FMA).

Modelo	Temperatura			Fatores Estatísticos				
		20°C	30°C	40°C		20°C	30°C	40°C
Oswin					R ²	0,9921	0,9843	0,9917
	<i>C</i>	4,10	11,49	10,72	χ^2	0,0001	0,1297	0,1295
	<i>n</i>	0,02	0,32	0,33	RMQE	0,0106	0,3533	0,3539
					P (%)	0,1849	3,0333	3,4247
BET					R ²	0,7756	0,9520	0,9143
	<i>M₀</i>	4,23	21,17	41,09	χ^2	0,0044	0,4714	1,3443
	<i>C</i>	67,99	2,05	0,64	RMQE	0,0655	0,6734	1,1403
					P (%)	1,3773	6,0001	11,2150
GAB					R ²	0,9917	0,9990	0,9998
	<i>M₀</i>	3,92	10,22	8,65	χ^2	0,0001	0,0091	0,0091
	<i>C</i>	3377,24	14,19	12,73	RMQE	0,0111	0,0926	0,0932
	<i>K</i>	0,11	0,54	0,65	P (%)	0,1777	0,8205	0,4318
Peleg					R ²	0,9936	0,9997	0,9998
	<i>C₁</i>	4,20	15,70	15,72	χ^2	0,0001	0,0026	0,0029
	<i>C₂</i>	0,04	0,49	0,55	RMQE	0,0105	0,0488	0,0518
	<i>C₃</i>	0,22	3,60	8,27	P (%)	0,1927	0,3680	0,4146
	<i>C₄</i>	3,38	2,44	4,72				
Chirife					R ²	0,9920	0,9995	0,9983
	<i>A</i>	1,43	6,66	2,86	χ^2	0,0001	0,0039	0,0266
	<i>B</i>	-0,08	-2,76	-1,12	RMQE	0,0107	0,0608	0,1592
	<i>C</i>	0,59	3,85	0,81	P (%)	0,1509	0,5344	1,4238
Halsey					R ²	0,9769	0,9673	0,9783
	<i>A</i>	1,46+E14	61,31	59,97	χ^2	0,0012	0,0012	0,0010
	<i>B</i>	23,38	1,83	1,89	RMQE	0,0337	0,0334	0,0314
				P (%)	8,2597	10,6475	7,5519	
Langmuir					R ²	0,8339	0,9764	0,9656
	<i>M₀</i>	4,26	23,52	41,26	χ^2	0,0024	0,2028	0,5035
	<i>C</i>	71,46	2,12	0,80	RMQE	0,0485	0,4418	0,6965
					P (%)	0,9890	4,3521	6,2094
Chen					R ²	0,9473	0,9678	0,9999
	<i>K</i>	-67,95	-60,70	-103,10	χ^2	0,0026	0,0012	0,0000
	<i>A</i>	53,36	58,12	101,11	RMQE	0,0425	0,0331	0,0034
	<i>B</i>	0,06	0,002	0,001	P (%)	12,5005	11,7526	0,3952
Smith					R ²	0,9320	0,9470	0,9748
	<i>A</i>	3,91	5,55	5,29	χ^2	0,0013	0,4553	0,3949
	<i>B</i>	-0,23	-8,24	-7,37	RMQE	0,0360	0,6619	0,6180
					P (%)	0,7351	6,2297	0,1951

Porém ao compararmos as somas de *scores* além do modelo de Chirife e Peleg, o modelo de Halsey também apresentou valores de *scores* baixos, indicando bom ajuste do modelo para representar o comportamento da adsorção.

Examinando as tabelas e a partir das análises de somas de *scores* (Tabela 15 e APÊNDICE A) é possível observar que tanto para FMA quanto para FMB o modelo de Peleg apresentou o melhor comportamento de ajuste às curvas de sorção experimental. Separadamente para os processos de adsorção o modelo de Chirife, e na dessorção o modelo de GAB também apresentaram comportamento semelhante para as curvas experimentais.

Tabela 15. Valores estimados para soma total de *scores* atribuídos aos fatores estatísticos em para as propriedades de sorção da farinha de milho fibrosa (FMA), para soma total nas temperaturas de 20, 30 e 40°C.

Modelos	Adsorção					Dessorção				
	Fator Estatístico									
	R ²	χ^2	RQME	P	S.S.*	R ²	χ^2	RQME	P	S.S.*
Oswin	0,76	0,61	2,61	1,38	5,36	0,84	1,15	3,73	3,01	8,73
BET	7,73	8,62	10,36	4,48	31,19	9,58	8,13	9,86	8,82	36,39
GAB	0,75	0,25	1,74	0,65	3,39	0,24	0,08	0,98	0,50	1,80
Peleg	0,30	0,16	1,17	0,33	1,96	0,17	0,02	0,53	0,25	0,97
Chirife	0,30	0,13	1,09	0,22	1,74	0,26	0,13	1,16	0,80	2,35
Halsey	0,47	0,01	0,27	3,19	3,94	2,06	0,01	0,46	12,64	15,17
Langmuir	5,55	1,67	4,78	2,56	14,56	5,98	3,16	6,21	5,40	20,75
Chen	2,78	0,04	0,57	7,01	10,40	2,26	0,01	0,36	11,75	14,38
Smith	0,54	0,50	5,05	1,94	8,03	3,90	3,81	6,90	6,17	20,78

*S.S. – Soma Total de Scores

O modelo de Halsey expressa o comportamento de sorção dos produtos em relação à multicamadas, avaliando a condensação a uma relativa distância da superfície. Conforme Andrade et al. (2011) é uma excelente equação para representação para isotermas do tipo I, II e III, este último grupo representa o tipo encontrado neste trabalho, e também é utilizada para representar o comportamento de alimento que contém amido, componente que pode ser encontrado tanto em FMA quanto em FMB.

Apesar da boa adequação nos parâmetros de qui-quadrado reduzido, e raiz do quadrado médio do erro, nos outros dois parâmetros estatísticos R^2 e P o comportamento do modelo apresentou maiores valores do que os encontrados para os modelos de Peleg e Chirife.

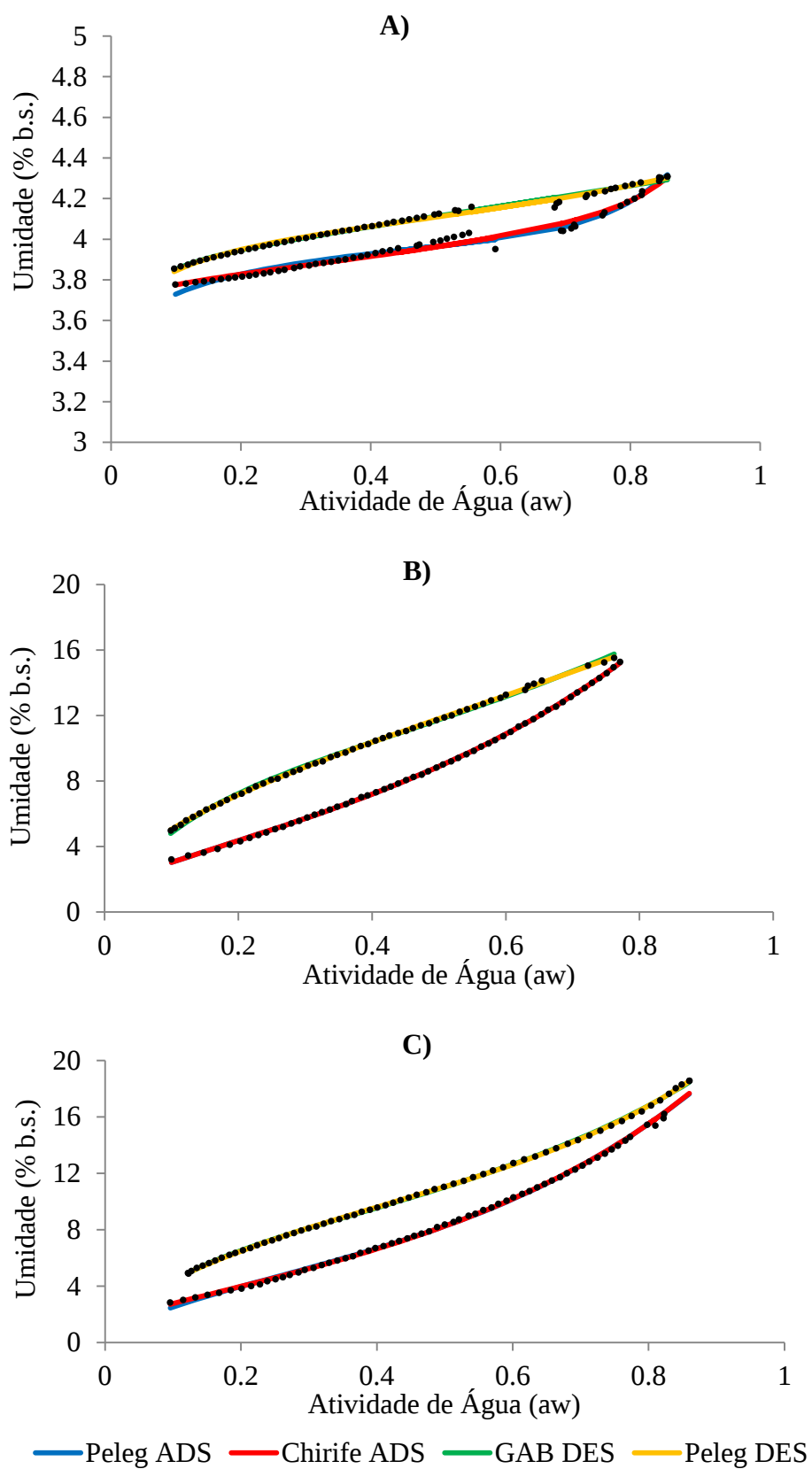
No processo de dessorção os modelos de GAB e Peleg apresentaram pela soma de *scores* os melhores ajustes ao comportamento desta isoterma nas três temperaturas de secagem. O modelo de GAB é dado como o melhor modelo para representação de comportamento de sorção em alimento (SAMAPUNDO et al., 2007). Segundo Oyelade et al. (2008) GAB adequa-se bem para explicar o comportamento dos dados de sorção de farinhas de milho ou produtos a base de milho.

Na figura 15 é possível observar o comportamento dos modelos tanto para sorção quanto para dessorção. Na adsorção em temperatura de 20°C o modelo de Peleg apresenta desvio em relação ao comportamento experimental em atividades de água abaixo de 0,2. Os demais modelos se apresentam bem ajustados aos dados experimentais nas três temperaturas. O modelo de Peleg é muito utilizado para predição de comportamento de sorção de alimentos secos em temperatura de 30° e 40°C segundo Silva et al. (2010). Apesar do desvio encontrado na adsorção, a correlação do modelo de Peleg em comparação com Chirife ao avaliar o parâmetro R^2 se apresenta maior.

Em estudo desenvolvido por Galvéz et al. (2006) em farinha de milho, os modelos de GAB e BET, ambos amplamente utilizados em alimentos, apresentaram melhor adequação aos dados experimentais deferenciando-se dos resultados obtidos para FMA. Porém é possível observar que apesar de BET não ter sido um modelo que representasse melhor as curvas de sorção, nas temperaturas mais brandas (20 e 30°C) o modelo se ajustou relativamente bem, com coeficiente de determinação acima de 0,9; e qui-quadrado reduzido e raiz do quadrado médio do erro com valores semelhantes aos encontrados para os modelos melhores ajustados.

Os modelos de BET e Langmuir em temperatura de 20°C apresentaram divergência para predição dos dados experimentais. Para Park et al. (2008) essa divergência se relaciona com a característica de adsorção da água da superfície na monocamada. O aumento da temperatura facilita a percolação da umidade pelos poros do alimento, o que é dificultado em temperaturas menores; é possível observar esta relação comparando com os modelos que consideram a adsorção em policamadas como os modelos de GAB, Peleg, Chirife, Smith, entre outros.

Figura 15. Curvas de sorção de farinha fibrosa (FMA) experimentais e modelos correlacionados. A) 20°C, B) 30°C e C) 40°C.



Para Samapundo et al. (2007) a escolha de um modelo experimental não descreve exatamente o processo de sorção de um alimento, e sim só reflete a qualidade matemática do modelo. Desta forma o modelo de GAB, além de apresentar boa correlação, mesmo que não sendo o modelo que representa melhor ajuste nos dois processos de sorção, pode ser utilizado para determinação da umidade na monocamada.

A predição dos valores da monocamada M_0 é muito importante dado que a deterioração dos alimentos em umidades abaixo deste valor é quase mínima, isto se deve ao fato de que a água presente no alimento abaixo de M_0 apresenta-se fortemente ligada. A água ligada não é disponível a reações de deterioração, não sendo usada como solvente nem como substrato nestes processos (AYRANCI; DUMMAN, 2005).

Os valores de conteúdo da monocamada para o modelo de GAB nos processos de adsorção e dessorção em FMA podem ser observados nas tabelas 13 e 14. FMA apresentou a 20°C conteúdo de umidade na monocamada de 3,71% (b.s.) na adsorção, e 3,92% (b.s.) na dessorção. De acordo com o comportamento das isotermas de sorção o valor da umidade na monocamada aumentou com o aumento para 30°C e obteve uma redução posterior com a elevação para 40°C, tendo como umidade na monocamada nesta temperatura o valor de 6,51% (b.s.) para adsorção e 8,65% (b.s.) para dessorção. Segundo Labuza et al. (1984) o valor máximo de umidade para monocamada em alimentos não deve exceder 10% (b.s.), sendo assim, mesmo com o ganho de umidade no comportamento de FMA, a partir da elevação da temperatura, a farinha fibrosa apresenta conteúdo de umidade na monocamada em conformidade aos valores ideais.

Os dados experimentais indicam a possibilidade de mais de um modelo representar o comportamento experimental dos processos de adsorção e dessorção de FMA. Onde os modelos de GAB, Peleg e Chirife são os que apresentaram maior adequação ao comportamento físico de sorção do produto. As figuras 16 e 17, após a análise sistemática da linearidade pelo método de *scores*, foram plotadas para comparação da aleatoriedade sistemática dos modelos, e visualização da padronização na variação entre os desvios residuais conforme utilizado por Oyelade et al.(2008).

Nos gráficos residuais para FMA nas três temperaturas de análise é evidenciado que os maiores desvios dentro dos valores preditos nos modelos são encontrados em umidades de equilíbrio baixas ou em altos níveis, considerando estas observações segundo Talla (2014), o modelo mais adequado para predizer os comportamentos das isotermas de sorção de FMA é aquele cujo padrão residual apresenta melhor de aleatoriedade sistematizada, com menor variação entre extremos de erros.

Figura 16. Modelos preditivos de isotermas de adsorção em FMA, gráficos residuais para Peleg e Chirife a 20°C (A), 30°C (B) e 40°C (C) respectivamente.

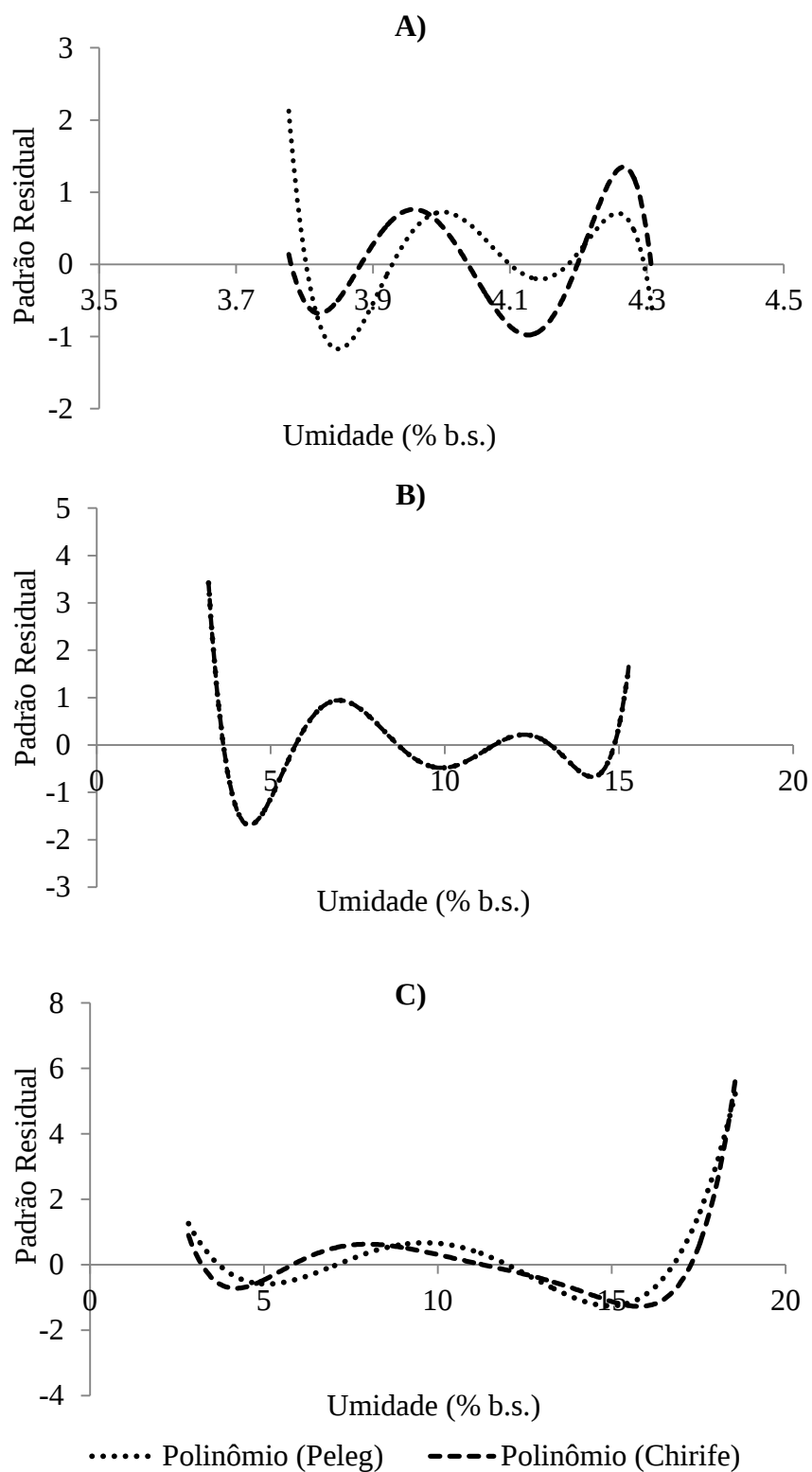
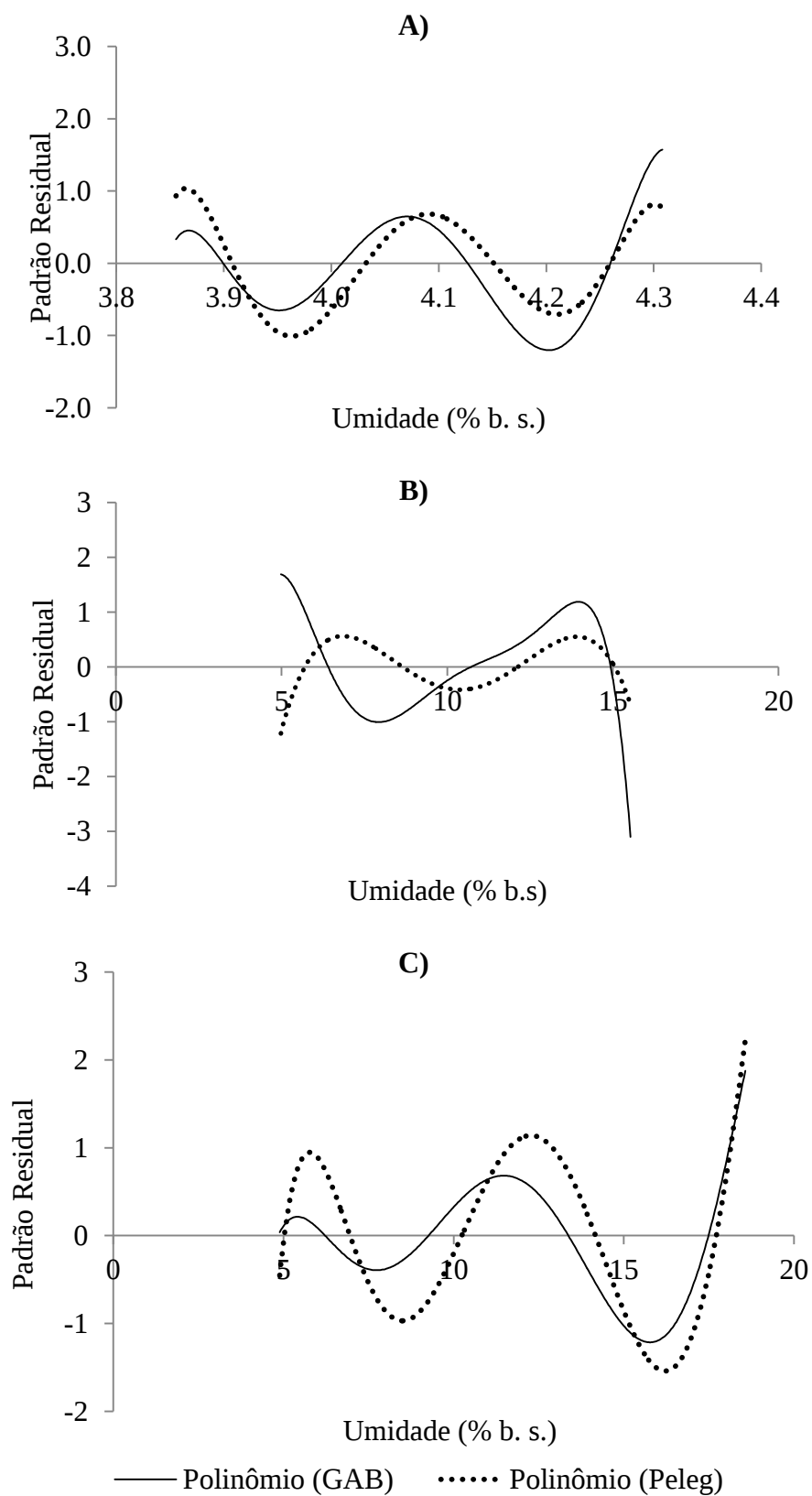


Figura 17. Modelos preditivos de isothermas de dessorção em FMA, gráficos residuais para Peleg e GAB a 20°C (A), 30°C (B) e 40°C (C) respectivamente.



Analisando isoladamente cada gráfico da trama residual dos modelos pré-selecionados observou-se que os três modelos de comportaram semelhantemente, com variações aleatórias equivalentes e desvios padronizados apresentando aproximadamente os mesmos valores.

Desta forma, para confirmação da concordância entre os modelos para melhor ajuste e definição do comportamento das isotermas de sorção em FMA, como utilizado por Chuma et al. (2012), avaliou-se a correlação existente entre os modelos e os processos de sorção experimentais, os gráficos resposta da correlação entre os modelos foram apresentados nas figuras 18 e 19.

Para as três temperaturas analisadas para isotermas de adsorção de FMA, foram obtidas correlações significativas ($p < 0,05$) para os modelos. Os modelos de Chirife e Peleg nas três temperaturas para as propriedades de adsorção apresentaram coeficientes de determinação altos. Para Peleg $R^2 = 0,9792$, $R^2 = 0,9998$ e $R^2 = 0,9980$ nas temperaturas de 20, 30 e 40°C respectivamente, e para Chirife $R^2 = 0,9799$, $R^2 = 0,9998$ e $R^2 = 0,9884$ também nas respectivas temperaturas. Como a variação entre os modelos para a correlação linear dos dados preditos pelos experimentais não apresentou diferença significativa ($p < 0,05$) é possível afirmar que tanto o modelo de Peleg quanto o modelo de Chirife são os melhores ajustados para representar o comportamento de adsorção de FMA nas temperaturas de 20, 30 e 40°C.

Para a dessorção a análise também foi realizada para os modelos de Peleg e GAB, onde a correlação também apresentou valores significativos ($p < 0,05$) para os dois modelos. Para GAB os coeficientes de determinação foram de $R^2 = 0,9926$, $R^2 = 0,9990$ e $R^2 = 0,9998$ para as temperaturas de 20, 30 e 40°C respectivamente, nas mesmas temperaturas para o modelo de Peleg os coeficientes de determinação foram $R^2 = 0,9934$, $R^2 = 0,9997$ e $R^2 = 0,9998$ respectivamente. A diferença significativa de variação entre os dois modelos para a correlação linear para os dados preditos e os dados experimentais também não apresentou significância ($p < 0,05$). Sendo assim para os modelos de GAB e Peleg o melhor ajuste para representação do comportamento de dessorção em FMA é evidenciado, de forma que ambos os modelos poderiam ser utilizados para representação da isoterma de dessorção da farinha fibrosa.

Na farinha proteico-gordurosa (FMB) os coeficientes equacionais dos modelos preditos para o ensaio experimental, apresentam maior representatividade e menores desvios estatísticos significativos para os modelos de GAB, Peleg, Chirife.

Figura 18. Gráficos da correlação entre as umidades de equilíbrio experimentais e preditas para adsorção em FMA a 20°C (A), 30°C(B) e 40°C (C) para os modelos de Peleg e Chirife.

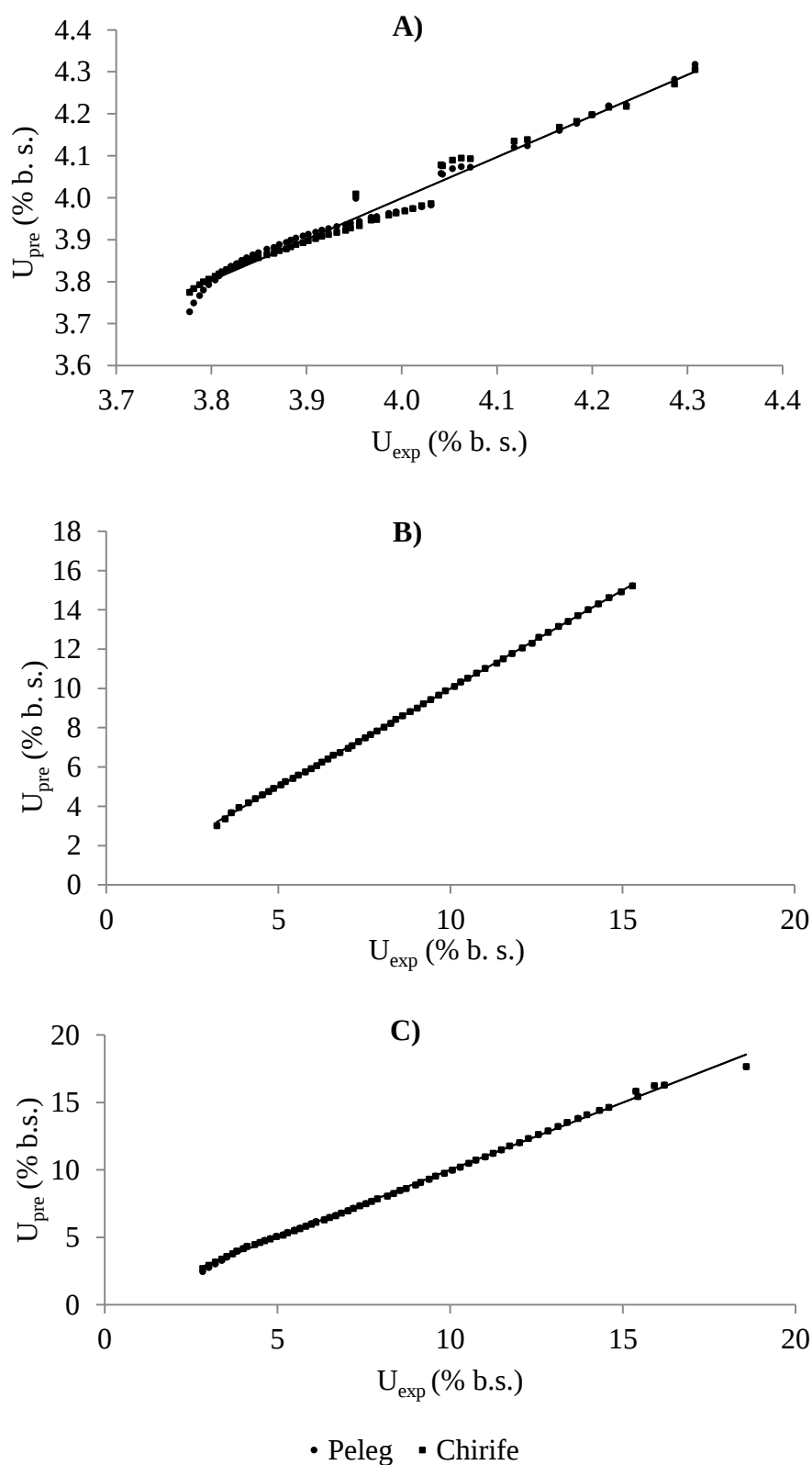
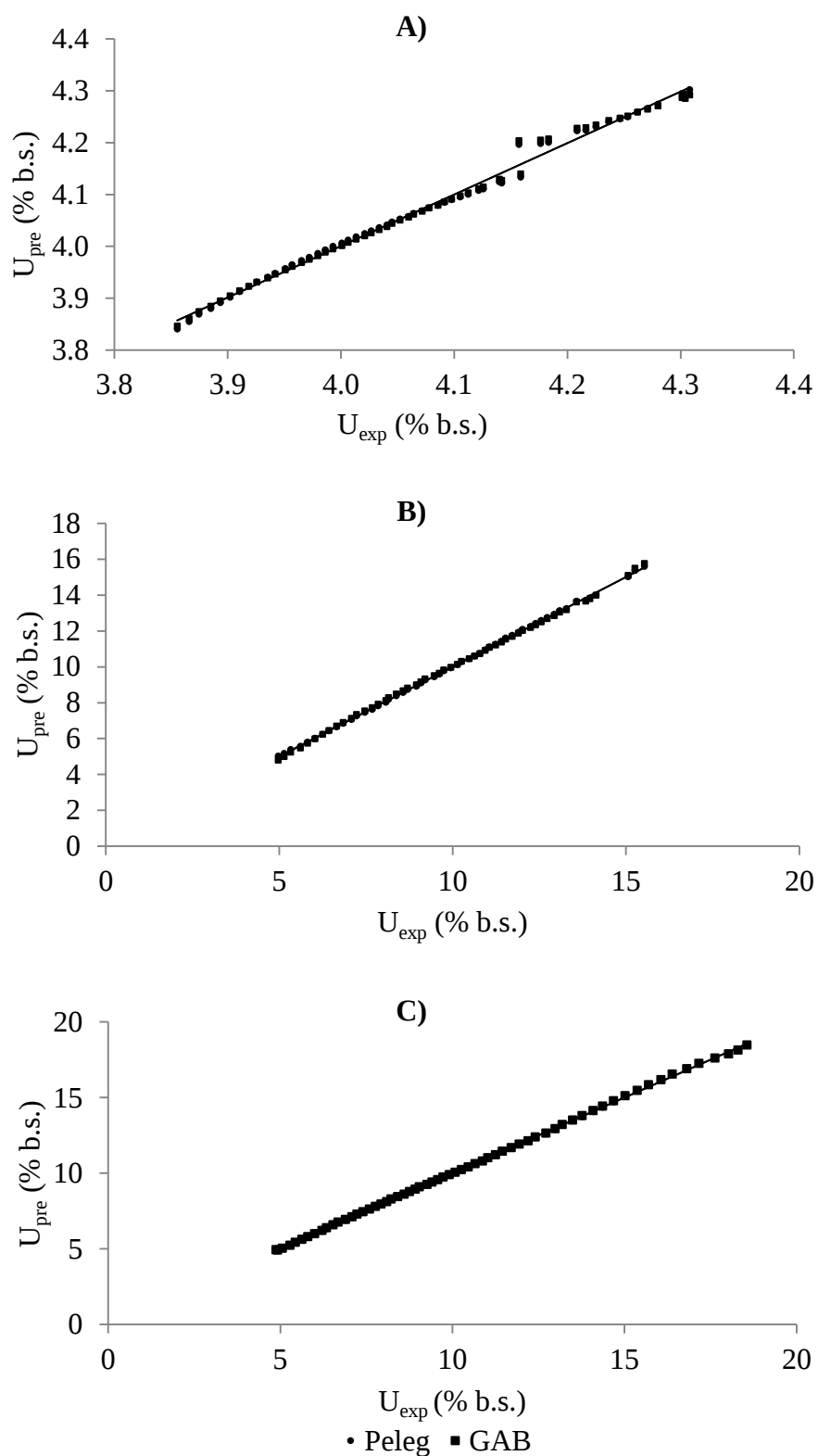


Figura 19. Gráficos da correlação entre as umidades de equilíbrio experimentais e preditas para dessorção em FMA a 20°C (A), 30°C(B) e 40°C (C) para os modelos de Peleg e GAB.



Para os valores de adsorção ambos os modelos de Chirife e Peleg apresentaram correlação acima de 0,99, assim como para os modelos de GAB e Peleg no fenômeno de dessorção. Valores baixos de qui-quadrado reduzido (χ^2), raiz do quadrado médio do erro (RQME) e erro médio relativo em porcentagem também se apresentaram baixos nas soma de *scores* (Tabela 18), evidenciando adequação significativa das curvas experimentais nas três temperaturas de análise.

Os coeficientes equacionais de cada modelo bem como os valores calculados para cada fator estatístico analisado estão apresentados nas tabelas 16 e 17. Os modelos de Peleg e Chirife também apresentaram ajuste significativo experimental para os autores Togrul e Arslan (2007) em análise da farinha de nozes, amostra com grande presença de lipídios, assemelhando-se ao perfil da farinha proteico/gordurosa (FMB).

Ao comparar os modelos individualmente para dessorção, tanto GAB quanto Peleg, em relação à χ^2 , RQME e P, apresentam desvios equivalentes para as três temperaturas. O modelo de GAB é bastante adequado para representar o comportamento de sorção de alimentos com alto caráter proteico, por sua característica de ser um modelo semi teórico, multimolecular, que considera um modelo de adsorção homogênea para os diversos produtos (AL-MUHTASEB et al., 2004).

O modelo de Smith na adsorção, ao ser analisado individualmente nas três temperaturas também apresentou adequação aos dados experimentais em praticamente todos os padrões estatísticos, entretanto em relação ao coeficiente de correlação o modelo não se destacou da mesma forma, sendo menos adequado que os modelos de Peleg e Chirife à curva experimental de adsorção predita.

Cassini et al.(2006) obtiveram melhor ajuste para o modelo de Peleg em adsorção de proteína texturizada de soja com alto teor proteico, nas temperaturas de 10 e 20°C. Para FMB na adsorção as curvas experimentais de Peleg se adequam equivalentemente nas três temperaturas. Na temperatura de 40°C o modelo de Halsey, também apresentou comportamento significativo para predição da adsorção de FMB. Conforme Chirife e Iglesias (1976) o modelo de Halsey também é indicado para as isotermas de alimentos com alto teor de proteínas por sua boa predição neste tipo de produto.

A escolha dos modelos foi padronizada através da pré-seleção realizada pela determinação da soma dos *scores* para FMB (Tabela 18). Assim como em FMA o modelo de Peleg apresentou perfil de ajuste tanto para o fenômeno de adsorção quanto

para dessorção. E os modelos de Chirife e GAB também se adequaram para o ajuste em adsorção e dessorção respectivamente.

Tabela 16. Valores estimados para os coeficientes dos modelos e fatores estatísticos das curvas de adsorção em farinha proteico-gordurosa (FMB).

Modelo	Temperatura			Fatores Estatísticos			
	20°C	30°C	40°C		20°C	30°C	40°C
Oswin				R ²	0,9914	0,9844	0,9941
<i>C</i>	3,89	3,06	4,39	χ ²	0,0870	0,1069	0,0408
<i>n</i>	0,60	0,27	0,52	RMQE	0,2889	0,3217	0,1990
				P (%)	6,3518	26,5010	4,5772
BET				R ²	0,8635	0,7845	0,8943
<i>M₀</i>	32478,70	25756,29	21457,48	χ ²	1,3877	1,4786	0,7316
<i>C</i>	0,0002	0,0002	0,0003	RMQE	1,1537	1,1968	0,8427
				P (%)	27,6289	12,8529	14,8900
GAB				R ²	0,9983	0,9991	0,9987
<i>M₀</i>	4,44	5,77	3,61	χ ²	0,0182	0,0061	0,0094
<i>C</i>	1,96	0,08	4,26	RMQE	0,1306	0,0759	0,0950
<i>K</i>	0,78	0,54	0,80	P (%)	5,0838	8,4897	2,8974
Peleg				R ²	0,9997	0,9994	0,9995
<i>C₁</i>	3,54	8,11	8,94	χ ²	0,0030	0,0041	0,0036
<i>C₂</i>	11,34	6,65	5,35	RMQE	0,0525	0,0620	0,0580
<i>C₃</i>	0,56	1,46	3,23	P (%)	1,2045	5,5599	1,0664
<i>C₄</i>	2,88	5,36	0,63				
Chirife				R ²	0,9994	0,9989	0,9997
<i>A</i>	1,90	3,26	1,76	χ ²	0,0056	0,0079	0,0023
<i>B</i>	-1,86	-3,32	-1,43	RMQE	0,0723	0,0866	0,0473
<i>C</i>	0,62	1,21	0,51	P (%)	2,2290	9,3253	0,9768
Halsey				R ²	0,9898	0,9564	0,9937
<i>A</i>	2,73	1,61	3,89	χ ²	0,0006	0,0015	0,0002
<i>B</i>	1,07	0,83	1,21	RMQE	0,0245	0,0378	0,0147
				P (%)	6,2064	12,1039	4,2733
Langmuir				R ²	0,9133	0,8804	0,9779
<i>M₀</i>	37763,64	36754,57	26615,06	χ ²	0,8818	0,3806	0,0725
<i>C</i>	0,0002	0,0002	0,0004	RMQE	0,9197	0,6050	0,2642
				P (%)	25,0673	45,5530	7,4344
Chen				R ²	0,9924	0,8810	0,8996
<i>K</i>	-0,17	-153,79	-0,13	χ ²	0,0005	0,0041	0,0036
<i>A</i>	-2,66	152,56	-3,08	RMQE	0,0211	0,0624	0,0587
<i>B</i>	-0,42	0,0008	-0,38	P (%)	5,6996	19,8257	20,5548
Smith				R ²	0,9984	0,9993	0,9987
<i>A</i>	0,25	-0,39	0,89	χ ²	0,0164	0,0046	0,0089
<i>B</i>	-5,44	-5,10	-5,05	RMQE	0,1255	0,0665	0,0932
				P (%)	3,7842	2,5447	1,8864

Tabela 17. Valores estimados para os coeficientes dos modelos e fatores estatísticos das curvas de dessorção em farinha proteico-gordurosa (FMB).

Modelo	Temperatura			Fatores Estatísticos			
	20°C	30°C	40°C		20°C	30°C	40°C
Oswin				R ²	0,9866	0,9674	0,9845
C	6,29	4,98	6,13	χ ²	0,1029	0,1904	0,0851
n	0,33	0,43	0,35	RMQE	0,3128	0,4296	0,2867
				P (%)	5,7291	12,8529	5,3059
BET				R ²	0,9364	0,9754	0,9403
M ₀	17,83	4,6E+4	24,74	χ ²	0,4872	0,1438	0,3271
C	1,13	0,001	0,59	RMQE	0,6808	0,3733	0,5620
				P (%)	8,8868	6,8284	10,0585
GAB				R ²	0,9937	0,9986	0,9997
M ₀	5,08	6,83	5,41	χ ²	0,0492	0,0082	0,0017
C	13,87	3,73	9,60	RMQE	0,2136	0,0882	0,0405
K	0,65	0,53	0,62	P (%)	3,2362	2,6729	0,5896
Peleg				R ²	0,9945	0,9988	0,9996
C ₁	9,58	3,31	9,66	χ ²	0,0444	0,0072	0,0020
C ₂	0,55	8,58	0,62	RMQE	0,2002	0,0822	0,0433
C ₃	5,96	10,08	4,07	P (%)	3,0025	2,4716	0,6487
C ₄	6,53	0,911	4,95				
Chirife				R ²	0,9880	0,9972	0,9977
A	2,25	16,42	3,32	χ ²	0,0942	0,0174	0,0126
B	-1,05	-7,33	-1,78	RMQE	0,2955	0,1287	0,1092
C	0,74	6,77	1,58	P (%)	5,1763	3,5302	1,9048
Halsey				R ²	0,9663	0,9651	0,9672
A	25,77	5,93	15,43	χ ²	0,0026	0,0013	0,0016
B	1,98	1,35	1,72	RMQE	0,0498	0,0347	0,0393
				P (%)	19,3699	6,6476	11,1649
Langmuir				R ²	0,9649	0,9938	0,9764
M ₀	19,16	267,68	25,31	χ ²	0,2688	0,0242	0,1189
C	1,22	0,04	0,7291	RMQE	0,5057	0,1524	0,3385
				P (%)	6,5201	2,7097	5,8992
Chen				R ²	0,9232	0,9523	0,9354
K	-72,21	-122,94	-156,63	χ ²	0,0061	0,0017	0,0032
A	70,03	121,15	154,59	RMQE	0,0753	0,0405	0,0552
B	0,002	0,001	0,001	P (%)	22,6696	8,125	16,0461
Smith				R ²	0,9707	0,9589	0,9634
A	2,94	1,61	2,75	χ ²	0,2244	0,2402	0,2007
B	-4,41	-4,69	-4,62	RMQE	0,4621	0,4825	0,4402
				P (%)	8,7439	14,2411	8,3854

Tabela 18. Valores estimados para soma total de *scores* atribuídos aos fatores estatísticos em cada temperatura para as propriedades de sorção da farinha de milho proteico gorduroso (FMB).

Modelos	Adsorção					Dessorção				
	Fator Estatístico									
	R ²	χ^2	RQME	P	*S.S	R ²	χ^2	RQME	P	S.S.
Oswin	0,82	0,95	3,99	4,65	10,41	4,74	4,64	8,60	6,03	24,01
BET	12,77	14,60	15,99	7,07	50,43	11,49	11,78	14,05	6,55	43,87
GAB	0,08	0,13	1,31	1,83	3,35	0,55	0,68	2,21	1,28	4,72
Peleg	0,01	0,04	0,65	0,66	1,36	0,48	0,61	2,06	1,18	4,33
Chirife	0,03	0,06	0,82	1,30	2,21	1,27	1,50	3,99	2,21	8,97
Halsey	1,66	0,01	0,17	2,65	4,49	7,85	0,02	0,18	9,64	17,69
Langmuir	6,38	5,42	8,84	10,12	30,76	5,00	5,05	8,30	3,68	22,03
Chen	6,34	0,03	0,50	5,82	12,69	14,71	0,09	0,62	12,29	27,71
Smith	0,08	0,12	1,22	0,71	2,13	8,29	8,17	11,90	8,06	36,42

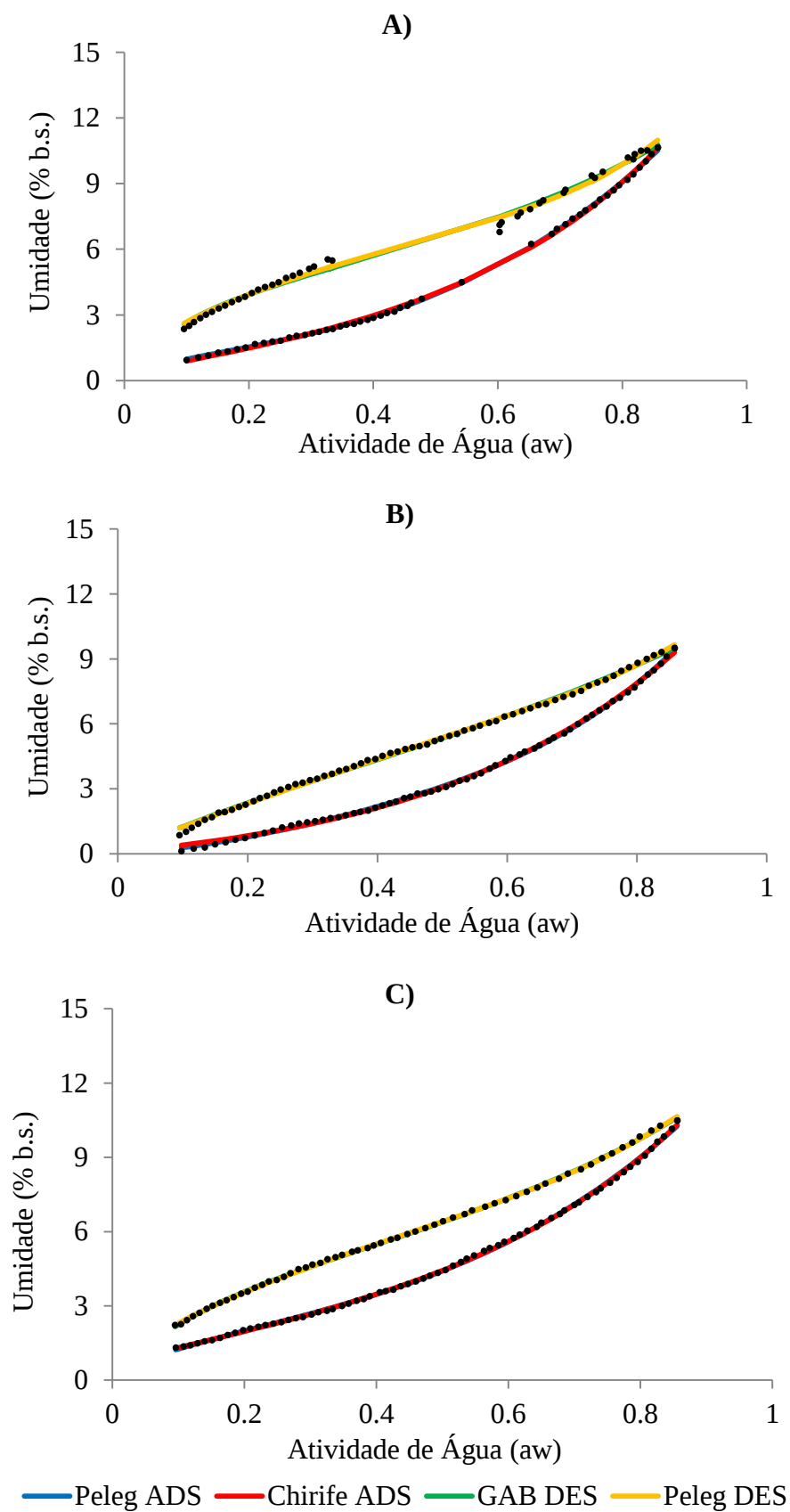
*S.S. – Soma Total de Scores

Dentro da análise de somatório de *scores* todos os três modelos apresentaram comportamento de adequação preditiva. Na figura 20 é possível analisar o comportamento dos modelos em comparação aos dados experimentais obtidos para adsorção e dessorção.

A análise do comportamento da umidade em monocamada (M_0) para FMB também pode ser realizado pelo uso do modelo de GAB. Assim como em FMA os valores da monocamada de FMB sofreram um aumento com a elevação da temperatura de análise de 20°C para 30°C e uma redução quando esta última temperatura foi elevada para 40°C. A 20°C a umidade em monocamada para adsorção foi de 4,44 % (b.s.) e obteve seu valor máximo na temperatura de 30°C com 5,77% (b.s.) de umidade, na temperatura de 40°C a umidade em M_0 foi de 3,61% (b.s.).

No fenômeno de dessorção o comportamento da umidade na monocamada foi igual ao encontrado no fenômeno de dessorção, com valores de 5,08 %, 6,83% e 5,41% (b.s.) para as temperaturas de 20, 30 e 40°C respectivamente. Nos fenômenos de sorção de FMB o valor da monocamada também se apresentaram menores que 10% (b.s.) indicando comportamento próximo ao ideal segundo Labuza et al. (1984).

Figura 20. Curvas de sorção de farinha proteico-gordurosa (FMB) experimentais e modelos correlacionados. A) 20°C, B) 30°C e C) 40°C.



A partir das características semelhantes para todos os modelos, a definição do que melhor representa o comportamento de sorção de FMB, foi estimada pela avaliação do desvio padronizado dos modelos em cada temperatura (Figuras 21 e 22).

Figura 21. Modelos preditivos de isotermas de adsorção em FMB, gráficos residuais para Peleg e Chirife a 20°C (A), 30°C (B) e 40°C (C) respectivamente.

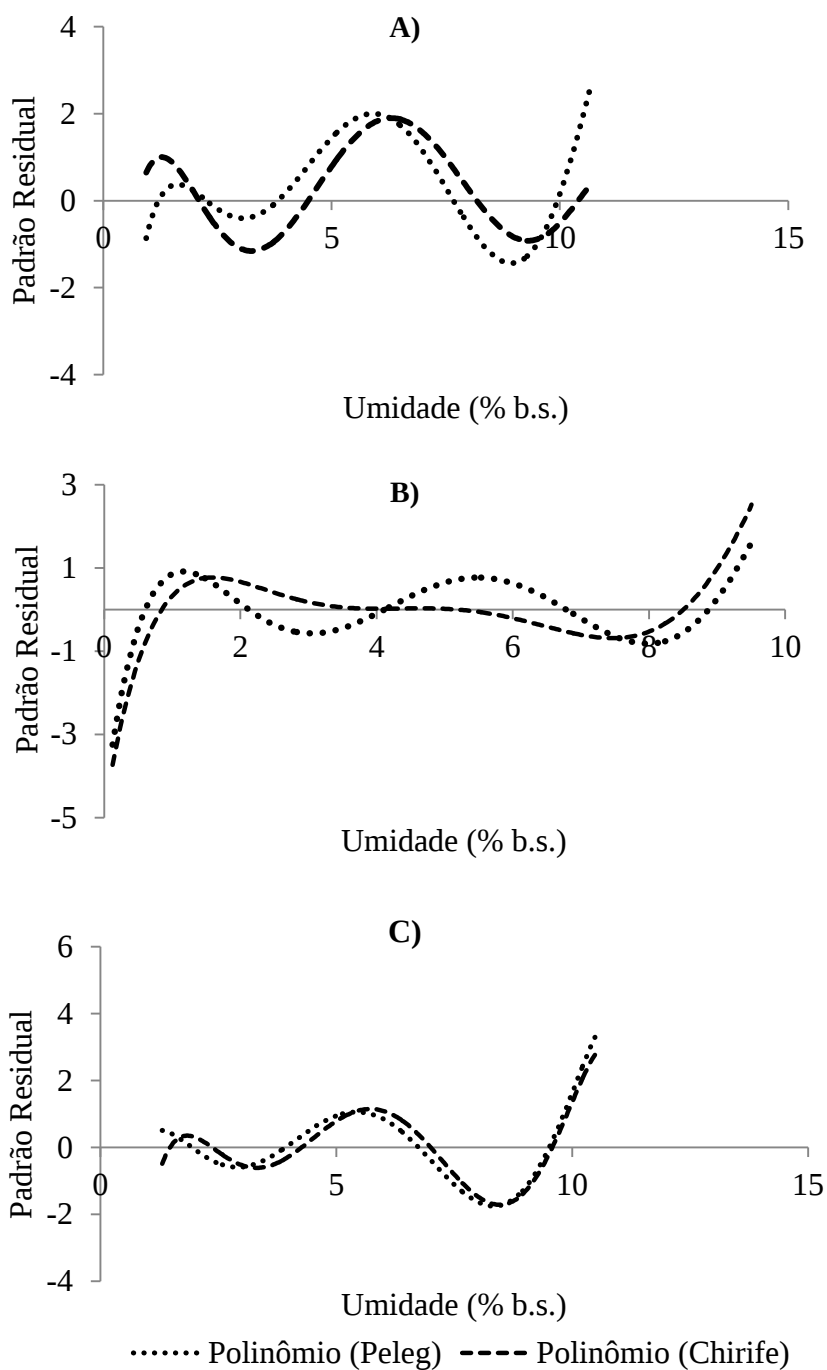
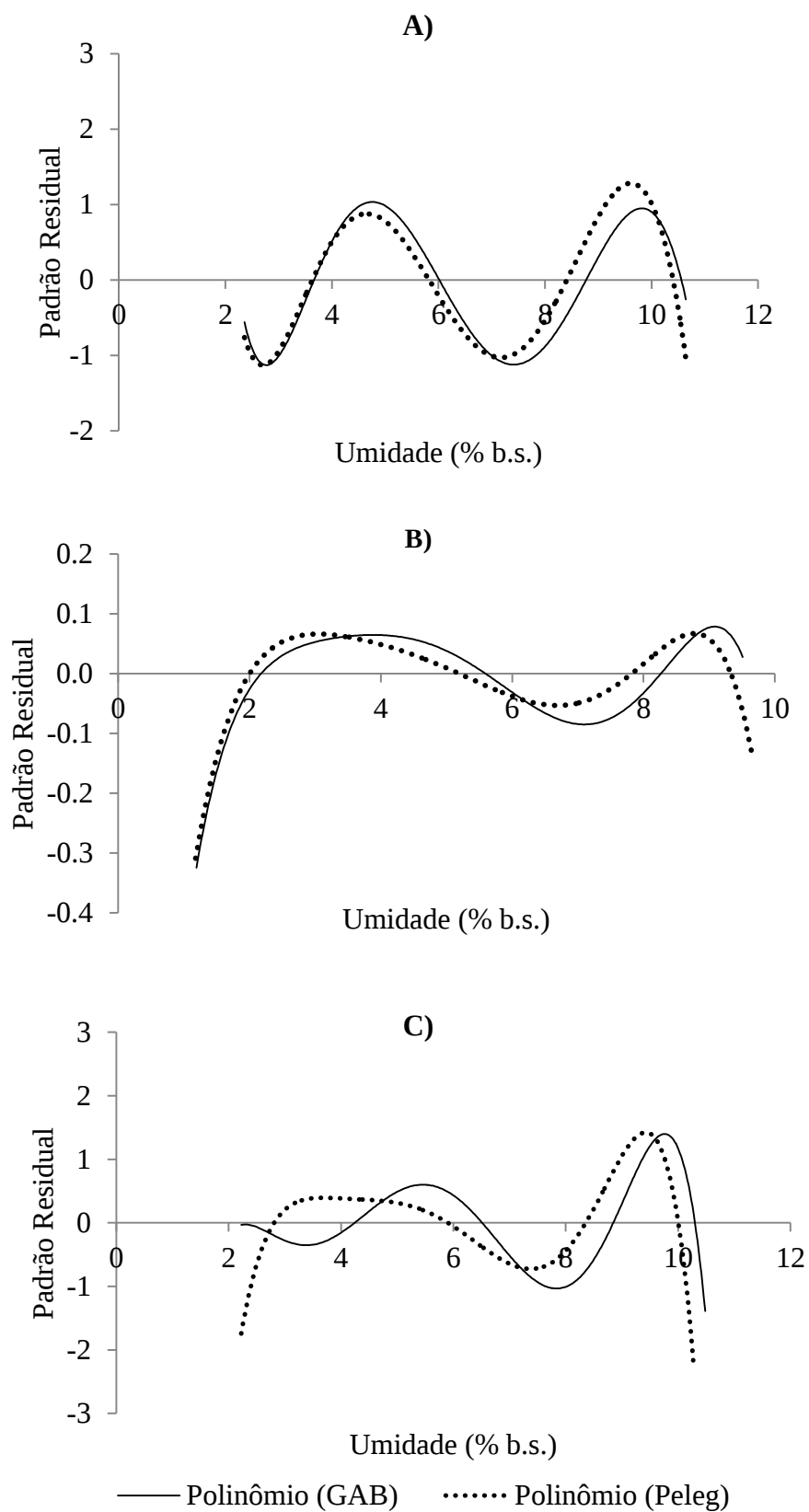


Figura 22. Modelos preditivos de isotermas de desorção em FMB, gráficos residuais para Peleg e GAB a 20°C (A), 30°C (B) e 40°C (C) respectivamente.



Em análise dos gráficos de padrão residual é possível perceber que para as três temperaturas de análise da adsorção e dessorção de FMB os modelos de GAB, Peleg e Chirife também apresentaram aleatoriedade semelhante e padrões de desvio dentro do padrão residual randomizados.

Nos estudos de Cardoso (2014), em farinha extrusada de arroz e cevada, com teor elevado de proteínas, pela análise do comportamento residual o modelo de Peleg foi o mais adequado para predição do comportamento de sorção. Em FMB não é possível afirmar que o comportamento do modelo de Peleg isoladamente descreve o perfil de propriedades de sorção da farinha. Devido a esta semelhança entre os modelos, foi realizada a comparação pela correlação linear entre os modelos preditos e os valores experimentais de FMB, para confirmação do modelo de melhor ajuste.

As figuras 23 e 24 representam os gráficos obtidos na análise da correlação linear para Peleg e Chirife nos processos de adsorção e Peleg e GAB para os processos de dessorção.

Em ambos os processos de sorção, a correlação linear encontrada para os modelos em estudo foi significativa ($p < 0,05$). Nos processos de adsorção tanto o modelo de Peleg quanto o modelo de Chirife apresentaram coeficientes de determinação significativos nas três temperaturas. Para Chirife a 20°C foi obtido $R^2 = 0,9997$, a 30°C foi obtido $R^2 = 0,9994$ e para 40°C o valor foi de $R^2 = 0,9997$. Para o modelo de Peleg a adequação de correlação apresentou valores de R^2 iguais a 0,9995, 0,9989 e 0,9994 nas temperaturas de 20, 30 e 40°C respectivamente.

A diferença significativa entre os modelos junto aos valores de coeficientes de determinação não apresentou significância ($p < 0,05$) desta forma é possível afirmar que assim como para FMA, em FMB os modelos de Peleg e Chirife apresentam ajuste significativo para representação do comportamento de adsorção da farinha proteico/gordurosa nas três temperaturas analisadas.

Para o parâmetro de dessorção os gráficos também demonstram correlação significativa ($p < 0,05$) para os modelos preditos em comparação com os dados experimentais nas três temperaturas em FMB. O modelo de Peleg apresentou R^2 nos valores de 0,9945, 0,9989 e 0,9997 nas temperaturas de 20, 30 e 40°C respectivamente, enquanto que o modelo de GAB apresentou R^2 de 0,9880, 0,9987, 0,9996 também nas respectivas temperaturas.

Figura 23. Gráficos da correlação entre as umidades de equilíbrio experimentais e preditas para adsorção em FMB a 20°C (A), 30°C(B) e 40°C (C) para os modelos de Peleg e Chirife.

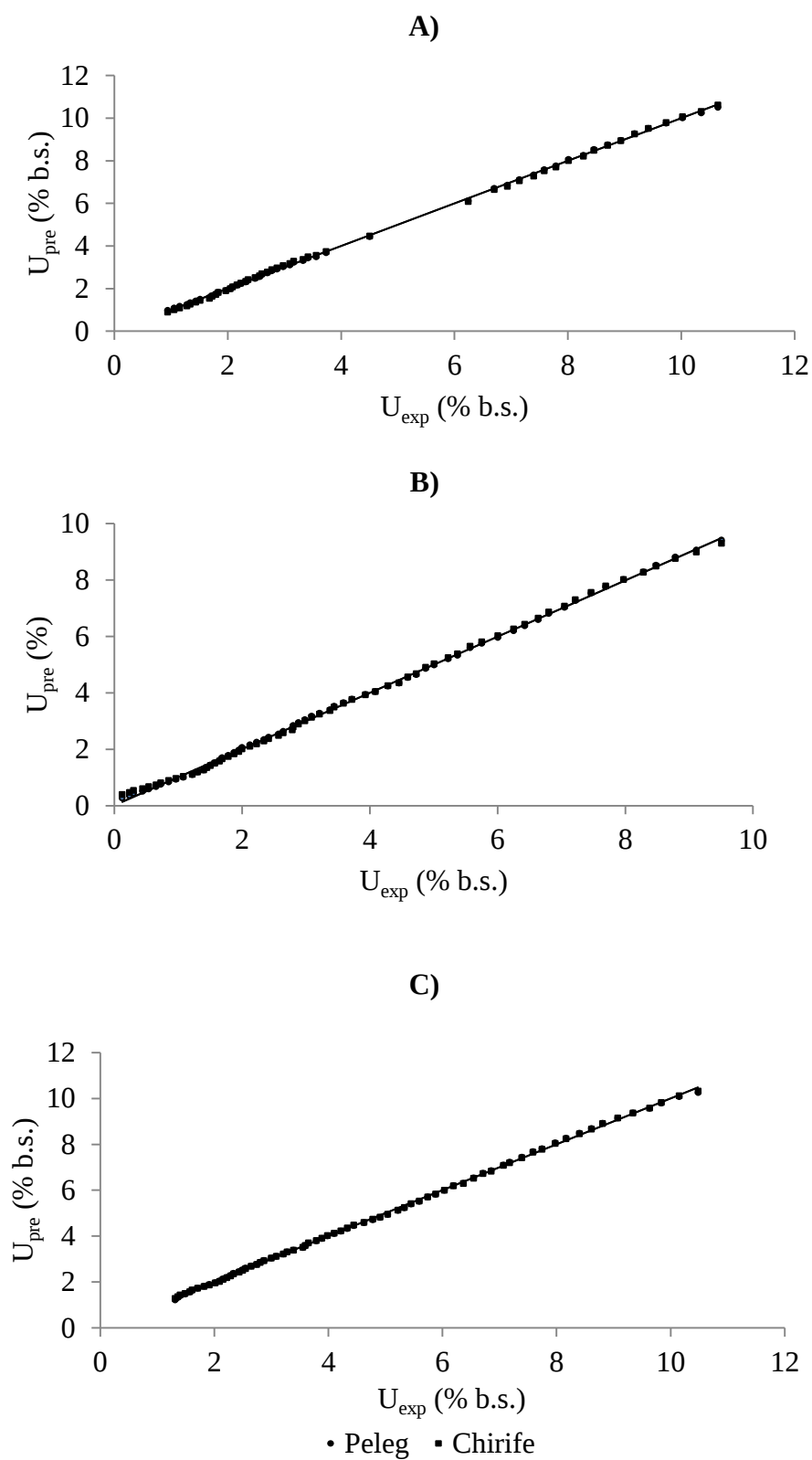
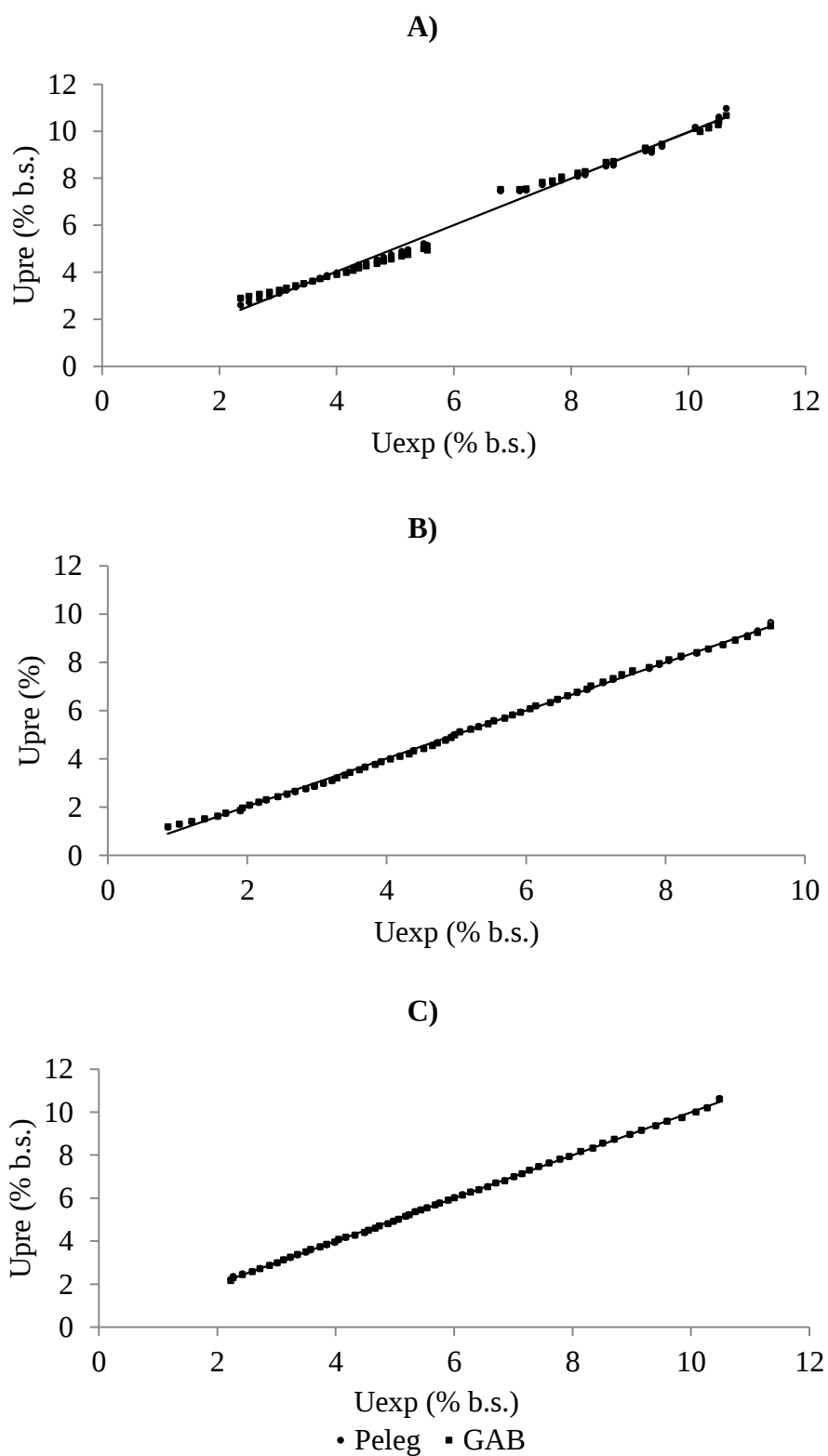


Figura 24. Gráficos da correlação entre as umidades de equilíbrio experimentais e preditas para dessorção em FMB a 20°C (A), 30°C(B) e 40°C (C) para os modelos de Peleg e GAB.



Entre os modelos no processo de dessorção, nas temperaturas de análise, para FMB não houve diferença significativa ($p < 0,05$) quanto à comparação dos coeficientes de correlação, assim é possível afirmar, que semelhante à FMA, o comportamento de dessorção da farinha proteico/gordurosa pode ser ajustada e representada tanto pelo modelo de Peleg quanto por GAB.

O comportamento de sorção de FMA e FMB apresentou características semelhantes, sendo que o modelo de Peleg foi, tanto para uma farinha, quanto para a outra, o modelo que representou os fenômenos de adsorção e dessorção, sendo o mais adequado para representação do comportamento de sorção em sua totalidade em FMA e FMB. Ao analisar individualmente os fenômenos de sorção, a adsorção também pode ser ajustada ao modelo de Chirife e a dessorção ao modelo de GAB.

5.2.4 Conclusão

O estudo das isotermas de sorção das farinhas de coprodutos da industrialização do milho (FMA e FMB) permitiu concluir que as isotermas de sorção das farinhas apresentam comportamento de isotermas tipo III, com influência direta da temperatura em seu desenvolvimento, e também com interferência no comportamento das curvas de acordo com a composição matricial de cada farinha individualmente.

O modelo de Peleg é o que melhor se adaptou na predição significativa do comportamento de sorção de FMA e FMB nas três temperaturas de ensaio, a partir da análise de soma de *scores* e padrão residual da modelagem matemática.

Através da validação dos resultados pela utilização de análise do padrão residual e correlação linear gráfica dos modelos preditos e dados experimentais, foi possível observar que a metodologia de soma de *scores* pela interpolação dos dados obtidos nas análises dos fatores estatísticos e segregação pela distribuição de frequência de Sturges é uma metodologia viável para determinação do modelo matemático predito mais ajustável as curvas de sorção.

5.2.5 Referências Bibliográficas

AL-MUHTASEB, A.H.; MCMINN, W.A.M.; MAGEE, T.R.A. Moisture sorption isotherm characteristics of food products: A review. **Institution of Chemical Engineers**, Rugby, v. 80, part. C, p. 118-128, 2004.

ANDRADE, R.D.P.; LEMUS, R.B.; PÉREZ, C.E.C. Models of sorption for food: Uses and limitations. **Revista de la Facultad de Química Farmacéutica**, Medellín, v. 18, n. 3, p. 325-334, 2011.

AOAC. Association of official analytical chemists (United States of America). **Official methods of analysis**, Washington, ed. 18, 2016.

AYRANCI, E.; DUMAN, O. Moisture sorption isotherms of cowpea (*Vigna unguiculata* L. Walp) and its protein isolate at 10, 20 and 30°C. **Journal of Food Engineering**, Maryland Heigh, v. 70, n. 1, p. 83-91, 2005.

BEJAR, A.K.; MIHOUBI, N.B.; KECHAOU, N. Moisture sorption isotherms – Experimental and mathematical investigations of orange (*Citrus sinensis*) peel and leaves. **Food Chemistry**, Davis, v. 132, n. 1, p. 1728-1735, 2012.

BRETT, B.; FIGUEROA, M.; SANDOVAL, A.J.; BARREIRO, J.A.; MÜLLER, A.J. Moisture sorption characteristics of starchy products: Oat flour and rice flour. **Food Biophysics**, Knoxville, v. 4, n. 1, p. 151-157, 2009.

CARDOSO, F. F.; ASCHERI, D. P. R; CARVALHO, W. P. Propriedades reológicas e de adsorção de água de farinha extrudada de arroz e bagaço de cevada. **Revista Ceres**, Viçosa, v. 61, n. 3, p. 313-322, 2014.

CASSINI, A.S; MARCZAK, L.D.F.; NOREÑA, C.P.Z. Water adsorption isotherms of texturized soy protein. **Journal of Food Engineering**, Maryland Heigh, v. 77, n. 1, p. 194-199, 2006.

CHEN, C. Factors which effect equilibrium relative humidity of agricultural products. **Transactions of the American Society of Agricultural Engineers**, St. Joseph, v. 43, n. 1, p. 673-683, 2000.

CHIRIFE, J.; IGLESIAS, H.A. Prediction of the effect of temperature on water sorption isotherms of food material. **Journal of Food Technology**, Campinas, v. 11, n. 1, p. 109-116, 1976.

CHISTÉ, R.C.; SILVA, P.A.; LOPES, A.S.; PENA, R.S. Sorption isotherms of tapioca flour. **International Journal of Food Science and Technology**, Lincoln, v. 47, n. 1, p. 870-874, 2012.

CHUMA, A.; OGAWA, T.; KOBAYASHI, T.; ADACHI, S. Moisture sorption isotherm of durum wheat flour. **Food Science and Technology**, Lincoln, v. 18, n. 5, p. 617-622, 2012.

COULTATE, T. P. (Ed). **Lipídeos**. In: Alimentos: A química de Seus Componentes, 3 ed., Porto Alegre: Artmed, 2004, p. 77-86.

FOO, K.Y.; HAMEED, B.H. Insights into the modeling of adsorption isotherm systems. **Chemical Engineering Journal**, v. 156, n. 1, p. 2-10, 2010.

GÁLVEZ, A.V.; ARAVENA, E.L.; MONDACA, R.L. Adsorption isotherms of maize (*Zea Mays* L.) flour. **Food Science and Technology**, Campinas, v. 26, n. 4, p. 821-827, 2006.

GOULA, A. M.; KARAPANTSIOS, T. D.; ACHILIAS, D. S.; ADAMOPOLOUS, K. G. Water sorption isotherms and glass transition temperature of spray dried tomato pulp. **Journal of Food Engineering**, Maryland Heigh, v. 85, n. 1, p. 73-83, 2008.

HALLAK, R.; PEREIRA, A. J. F. Metodology for performance analysis of simulations of convective systems in the metropolitan area of São Paulo with the arps model: sensivity to variations with the advection and the data assimilation schemes. **Revista Brasileira de Meteorologia**, v. 26, n. 4, p. 591-308, 2011.

ILELEJI, K.E.; KINGSLY, A.R.P. Sorption isotherm of corn distillers dried grains with solubles (DDGS) and its prediction using chemical composition. **Food Chemistry**, Davis, v. 116, n. 1, p. 939-946, 2009.

KOBLITZ, M. G. B. (Ed). **Oxidoredutases**. In: Bioquímica de Alimentos: Teoria e Aplicações Práticas, Rio de Janeiro: Guanabara, 2013, p. 140-142.

LABUZA, T.P.; LOMAURO, C.J.; BAKSHI, A.S. Evaluation of food moisture sorption isotherm equations. **Lebensm Wiss Technology**, Amsterdam, v. 18, n. 2, p. 111-117, 1984.

LEWICKI, P. P. (Ed.). **Data and models of water activity. II. Solid Foods**. In: RAHMAN, M. S. Food Properties Handbook. 2 ed. Boca Raton: CRC, 2009, p. 68-133.

MAGEE, T.R.A.; AL-MUHTASEB, A.H.; MCMINN, W.A.M. Water sorption isotherms of starch powders – Part 1: mathematical description of experimental data. **Journal of Food Engineering**, Maryland Heigh, v. 61, n. 1, p. 297-307, 2004.

MOREIRA, R.; CHENLO, F.; TORRES, M.D.; PRIETO, D.M. Water adsorption and desorption isotherms of chesnut and wheat flours. **Industrial Crops and Products**, St. Martin d’Heres, v. 32, n. 1, p. 252-257, 2010.

ORDOÑEZ, J.A. **Proteínas**. In: Tecnologia dos alimentos, e processos, Porto Alegre: Artmed, 2007, v. 1, p.55-56.

OYELADE, O.J.; TUNDE-AKINTUNDE, T.Y.; IGBEKA, J.C.; OKE, M.O.; RAJI, O.Y. Modelling moisture sorption isotherms for maize flour. **Journal of Stored Products Research**, Manhattan, v. 44, n. 1, p. 179-185, 2008.

PARK, K.J.B.; PARK, K.J.; CORNEJO, F.E.P.; FABBRO, I.M. Thermodynamic considerations of the isotherms. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v. 10, n. 1, p. 83-94, 2008.

PERDOMO, J.; COVA, A.; SANDOVAL, A.J.; GARCÍA, L.; LAREDO, E.; MÜLLER, A.J. Glass transition temperatures and water sorption isotherms of cassava starch. **Carbohydrate Polymers**, Kidlington Oxford, v. 76, n. 1, p. 305-131, 2009.

RAJI, A.O.; OJEDIRAN, J.O. Moisture sorption isotherms of two varieties of millet. **Food and Bioproducts Processing**, Rugby, v. 89, n. 1, p. 178-184, 2011.

ROBERTSON, G. L. Food quality and indices of failure. In: ROBERTSON, G. L. **Food Packaging and Shelf Life: a Pratical Guide**, Boca Raton: CRC, 2009, p. 17-30.

ROCA, E.; GUILLARD, V.; GUILBERT, S.; GONTARD, N. Moisture migration in a cereal composite food at high water activity: Effects of initial porosity and fat content. **Journal of Cereal Science**, Londres, v. 43, n. 1, p. 144-151, 2006.

SAMAPUNDO, S.; DEVLIEGHERE, F.; MEULENAER, B.D.; ATUKWASE, A.; LAMBONI, Y.; DEBEVERE, J.M. Sorption isotherms and isosteric heats of sorption of

whole yellow dent corn. **Journal of Food Engineering**, Maryland Heigh, v. 79, n. 1, p. 168-175, 2007.

SILVA, A. S. A.; ALMEIDA, F. A. C.; ALVES, N. M. C.; MELO, K. S.; GOMES, J. P. Hygroscopic and thermodynamic features of dehydrated coriander. **Revista Ciência Agronômica**, Fortaleza, v. 41, n. 2, p. 237-244, 2010.

STURGES, H. A. The choice of a class interval. **Journal of the American Statistical Association**, Alexandria, v. 21, n. 153, p. 65-66, 1926.

TALLA, A. Predicting sorption isotherms and net isosteric heats of sorption of maize grains at different temperatures. **International Journal of Food Engineering**, Suzhou, v. 10, n. 3, p. 393-401, 2014.

THYS, R.C.S.; NOREÑA, C.P.Z.; MARCZAK, L.D.F.; AIRES, A.G.; CLADERA-OLIVERA, F. Adsorption isotherms of pinhão (*Araucaria angustiflora* seeds) starch and thermodynamic analysis. **Journal of Food Engineering**, Maryland Heigh, v. 100, n. 1, p. 468-473, 2010.

TOGRUL, H.; ARSLAN, N. Moisture sorption and thermodynamic properties of walnut kernels. **Journal of Stored Products Research**, Manhattan, v. 43, n. 1, p. 252-264, 2007.

WOLF, W.; SPIESS, W. E. L.; JUNG, G. Die Wasserdampfsorptionsisothermen einiger, in der Literatur bislang wenig berücksichtigter Lebensmittel. **Lebensmittel-Wissenschaft und –Technologie**, Amsterdam v. 6, n. 1, p. 94-96, 1972.

5.3 ARTIGO 3

INFLUÊNCIA DA MISTURA TERNÁRIA DAS FARINHAS DE MILHO FIBROSA, PROTEICO/GORDUROSA E SEMOLINA SOBRE A QUALIDADE TECNOLÓGICA, SENSORIAL E MICROBIOLÓGICA DE MASSAS ALIMENTÍCIAS.

Resumo

As massas alimentícias são uma das fontes processadas de nutrientes mais consumidas no mundo atualmente. Apresentam alto valor energético e baixos teores de componentes funcionais. O milho bem como seus coprodutos são uma das alternativas mais visadas na substituição dos componentes tradicionais para produção de massas alimentícias com capacidade de atribuição de características funcionais. Sendo assim, devido às características nutricionais dos coprodutos da industrialização do milho, é de grande interesse o aproveitamento dos mesmos na elaboração de novos alimentos alternativos aos produtos convencionais disponíveis. A presente pesquisa teve por objetivo o desenvolvimento de novas formulações experimentais de massas alimentícias por delineamento de mistura, com o aproveitamento de farinhas obtidas de coprodutos da industrialização do milho em diferentes níveis de substituição à semolina, bem como avaliar a propriedades tecnológicas, sensoriais e microbiológicas destas formulações. Foi determinada uma formulação ideal pelo teste de desejabilidade, que foi comparada à amostra comercial de macarrão de sêmola, quanto às propriedades tecnológicas, e avaliada sensorialmente em comparação com as formulações que apresentaram maior teor de proteína e de fibra alimentar total. A massa alimentícia tipo talharim selecionada apresentou tempo ótimo de cozimento de 9,5 min, aumento de massa de 146,03%, e 0,49% de perda de sólidos em água de cozimento, sendo superior à amostra comercial. O perfil sensorial apresentou aceitabilidade positiva (score 6,84), com intenção de compra de 71%. Observou-se também que a substituição parcial da semolina por farinhas de coprodutos do milho permitiu a elaboração de massa alimentícia com caráter funcional, sendo uma alternativa aos produtos convencionais.

Palavras – Chave: resíduos, macarrão, *Zea mays* L., aproveitamento.

5.3.1. Introdução

Segundo Brasil (2000) a massa alimentícia é o produto não fermentado, apresentado sob várias formas, recheado ou não, obtidas pelo empasto, e amassamento mecânico de farinha de trigo comum e/ou sêmola/semolina de trigo, farinha integral de

trigo, derivados de cereais, leguminosas ou tubérculos, adicionada ou não de outros ingredientes.

Tradicionalmente as massas alimentícias têm como principais ingredientes a farinha de trigo, sendo a mais indicada para a produção de macarrão, ou a semolina de trigo, água potável, e outros aditivos quando necessários (FOGAGNOLI; SERAVALLI, 2014). Conforme Zanini de Vita (2009) existem mais de 400 tipos de massas alimentícias, recheadas ou não, dentre as massas não recheadas os principais tipos são *fettuccine*, *talharim*, *pene*, *espaguete*, *fusilli*, *pappardele*, *rigatoni*, *capellini*, *concha*, *cicatelli*, entre outros.

Características especiais bem como as qualidades na composição de massas alimentícias têm as colocado em posições importantes no consumo diário da sociedade moderna (BUSTOS et al., 2016). Estes alimentos são fáceis de cozinhar e armazenar apresentam concentrações de gordura livres de colesterol, baixo teor de sódio e são fontes de carboidratos (CHILLO et al., 2008). Os carboidratos são predominantes nas massas alimentícias e, as tradicionais contêm aproximadamente 70% de seu conteúdo em amido. Este componente é uma parte importante da dieta e seu grau de absorção e digestibilidade é afetado por vários fatores (HAGER et al., 2013).

A demanda pelo consumo nutricionalmente balanceado com compostos de propriedades funcionais tem crescido e conseqüentemente há o aumento de pesquisas que demonstrem os efeitos destas propriedades para a saúde humana e na prevenção e combate a doenças crônicas (SANT'ANNA et al., 2014). Um dos modos utilizados para o aumento nas propriedades nutricionais dos alimentos tem sido o uso de substituição parcial da farinha de trigo por farinhas de outros grãos ou leguminosas (ISLAS-RUBIO et al., 2014).

De acordo com Paladino et al. (2013) o milho é uma alternativa na substituição dos compostos do trigo, principalmente pela ausência do glúten do trigo em sua composição. Outro fator importante a ser considerado na substituição pelo milho é que este cereal não apresenta a habilidade de formação da rede do glúten como no trigo, exigindo a adição de outros produtos que promovam características semelhantes satisfatórias para qualidade da massa alimentícia (SCHOENLECHNER et al., 2010).

Subprodutos como o farelo de milho também tem sido utilizados para a substituição, na elaboração de massas alimentícias. Conforme Singh et al. (2012) o farelo de milho agrega propriedades como redução na absorção de lipoproteínas de alta densidade durante a digestão, melhorias na absorção de água, aumento na habilidade de

absorção de componentes mutagênicos no bolo fecal pela digestão, minimizando desta forma a prevalência de doenças que possam ser causadas por estes.

A partir destas percepções objetiva-se a possibilidade de aliar o desenvolvimento de novas formulações de massas alimentícias, com níveis de substituição diferentes e variabilidade de subprodutos da industrialização do milho, de forma a garantir melhoria nas propriedades nutricionais através da atribuição de características funcionais nestes alimentos.

5.3.2. Material e Métodos

As amostras de farinhas utilizadas na elaboração das massas alimentícias foram oriundas de coprodutos da industrialização de milho (matéria-prima) doados pela empresa FEBELA Agroindustrial Ltda., situada na cidade de Bela Vista de Goiás, Goiás, Brasil. A farinha de milho fibrosa (FMA) e a farinha de milho proteico/gordurosa foram obtidas a partir da secagem em temperatura de 55°C, por 24 horas, ou até que alcançadas umidades menores de 14 g 100g⁻¹ nas amostras, e da posterior moagem em moinho de facas (TRAPP, TRF90 Júnior, Jaraguá do Sul-SC, Brasil), com peneira 30 *mesh*, dos coprodutos de caráter fibroso e proteico/gorduroso úmidos, coletados industrialmente, respectivamente.

A semolina (SEM) utilizada na elaboração das massas alimentícias foi doada pela empresa Moinho Vitória situado na cidade de Goiânia, Goiás, Brasil. O ovo em pó, da marca Luz Alimentos, também utilizado nas formulações, foi adquirido no comércio local da cidade de Goiânia, Goiás, Brasil.

Utilizou-se o delineamento de misturas (BARROS et al., 2010) para elaboração de macarrão tipo talharim, com a variação das matérias primas: 1) Farinha de milho fibrosa (FMA), 2) Farinha de milho proteico/gordurosa (FMB), 3) Semolina (SEM). O planejamento experimental com os teores determinados para cada ingrediente em concentração real e pseudocomponentes está apresentado na tabela 19.

Conforme o delineamento foram estabelecidas seis formulações com duas repetições na formulação F6 (experimentos F7 e F8), utilizadas para cálculo do erro experimental. O processamento das massas alimentícias foi realizado de forma inteiramente casualizada com três repetições para cada formulação.

Tabela 19. Planejamento experimental para estudo do efeito das farinhas de milho fibrosa FMA, farinha de milho proteico/gordurosa FMB, e semolina nas propriedades tecnológicas de massas alimentícias experimentais. Valores em concentrações reais (g do componente por 100 g de mistura) e pseudocomponentes.

Experimento	Proporções dos ingredientes na mistura ternária					
	Concentrações Reais			Pseudocomponentes		
	SEM (c1)	FMA (c2)	FMB (c3)	SEM (X1)	FMA (X2)	FMB (X3)
F1	0,70	0,20	0,10	0,67	0,33	0
F2	0,65	0,25	0,10	0,50	0,50	0
F3	0,50	0,25	0,25	0	0,50	0,50
F4	0,70	0,10	0,20	0,67	0	0,33
F5	0,65	0,10	0,25	0,50	0	0,50
F6	0,64	0,18	0,18	0,47	0,27	0,27
F7	0,64	0,18	0,18	0,47	0,27	0,27
F8	0,64	0,18	0,18	0,47	0,27	0,27

Fonte: STATSOFT (2007)

$X1+X2+X3 = 1$ ou 100%

Em adição à mistura ternária das farinhas e semolina, foram agregados em cada formulação 12,5 g de ovo em pó pasteurizado desidratado, e 74 ml de água destilada para cada 100g de amostra seca de mistura. A moldagem foi realizada em cilindro moldador (Imperia, Lusso-SP150, Pescara, Italy), até espessura de 2,5 mm. Após a moldagem, a massa foi cortada em formato talharim com 5,2 mm de largura, em trefila, e 20 cm de comprimento, manualmente.

A análise de tempo ótimo de cozimento (TOC) foi realizada conforme método 16-50 da AACC (2000), com o cozimento de 10g de amostra em 140 ml de água destilada em ebulição, em placa de aquecimento (TECNAL, TE-0851, Piracicaba-SP, Brasil). O TOC foi determinado em minutos pela compressão do produto cozido entre duas lâminas de vidro, até o desaparecimento do eixo central. Foram retiradas amostras a cada 1 minuto até a finalização do cozimento.

A perda de sólidos foi determinada pela evaporação de 25 mL da água de cozimento, em estufa (TECNAL, TE-394/3, Piracicaba-SP, Brasil) a 105°C até

manutenção de peso constante, conforme método 66-50 da AACC (2000). Os resultados foram expressos em porcentagem.

O ganho de massa foi determinado conforme método 66-50 (AACC, 2000), 10 gramas de amostra foram cozidas em 140 ml de água destilada durante o tempo ótimo de cozimento de cada formulação experimental. A água de cozimento foi drenada e a amostra mantida até a temperatura ambiente e então pesada em balança analítica.

A análise de atividade de água se procedeu conforme metodologia 978.18 da AOAC (2016), em aparelho para determinação da atividade de água (Acqualab, CX-2, Washington, EUA) à temperatura constante de $25\pm 3^{\circ}\text{C}$. Todas as análises tecnológicas foram realizadas em três repetições e em triplicata para cada formulação.

Os teores de umidade, resíduo mineral fixo, extrato etéreo total, proteínas, carboidratos totais, fibra alimentar total e valor energético total foram determinados nas amostras frescas de massa alimentícia para todas as formulações experimentais e determinados de acordo com as metodologias AOAC (2016) em triplicata.

Foram estabelecidos parâmetros instrumentais de cor L^* , a^* , b^* determinados segundo o sistema CIELab com uso de colorímetro (Konica Minolta, CR-10, Ramsey, EUA) (HUNTERLAB, 1998). Foi realizado também o procedimento de avaliação da cromaticidade (Croma) e $^{\circ}\text{Hue}$ segundo Almeida (2004). Foram realizadas 10 medições para cada repetição em cada formulação.

A análise estrutural foi realizada por microscopia eletrônica de varredura, nos perfis superficiais e corte longitudinal obtendo imagens da superfície externa das massas alimentícias e central das amostras conforme metodologia estabelecida por Goldstein (1992).

As amostras de massa alimentícia foram cozidas e então analisadas quanto à firmeza, com modificação da metodologia 16-50 da AACC (2000). As amostras foram dispostas em cinco fios paralelos de aproximadamente 5 cm em texturômetro, Texture Analyser TA.HD.plus (Stable Micro Systems, Surrey, Inglaterra), acoplado de lâmina de corte aparato de Warner-Blatzer, o teste foi realizado em modo de compressão com velocidade de pré-teste de 5 mm s^{-1} , velocidade de teste de $0,25\text{ mm s}^{-1}$, e velocidade de pós-teste de 10 mm s^{-1} , o modo alvo padronizado em distância no valor de 10 mm, a força do trigger estabelecida de 0,196 N, e os resultados obtidos em Newton (N).

As análises do perfil microbiológico das amostras foram realizadas conforme metodologia (APHA, 2001). Foram avaliados qualitativamente e quantitativamente o perfil microbiológico de *Bacillus Cereus*, Coliformes termotolerantes, *Salmonella sp.* e

Estafilococos por grama de amostra e também as contagens de bolores e leveduras de acordo com os níveis aceitáveis estabelecidos no grupo 10b da RDC nº12/2001 (BRASIL, 2001).

A análise sensorial foi realizada com um painel de 50 provadores não treinados, onde os mesmos analisaram os parâmetros de cor, sabor, odor, textura e avaliação global das massas alimentícias com maior teor de fibra e de proteína, e massa alimentícia selecionada pelo teste de desejabilidade. Os perfis de aceitação estavam de acordo com escala hedônica de nove pontos sendo os atributos '1' desgostei extremamente, '5' indiferente e '9' gostei extremamente. Juntamente com a análise de aceitação foi avaliada a intenção de compra do produto pelo julgador de acordo com Stone e Sidel (1992).

Os testes foram realizados em laboratório de análise sensorial da Escola de Agronomia da Universidade Federal de Goiás – Campus Samambaia (EA/UFG), com consumidores adultos de ambos o sexo com faixa etária de 18 a 65 anos, excluindo-se os pertencentes ao grupo de risco como alérgicos a qualquer dos componentes da amostra, gestantes, idosos e portadores de patologias relacionadas ao consumo do alimento. Foi exigido ao participante à leitura e preenchimento do Termo de Consentimento e Livre Esclarecimento, conforme o Comitê de Ética em Pesquisa UFG sob parecer aprovado (nº 1.143.426/15).

As amostras foram servidas, após seu tempo ótimo de cozimento, em porções de 25g em temperaturas em torno de 50 a 60°C, e acompanhadas de molho de tomate.

As variáveis resposta (dependentes) avaliadas no experimento, a partir de elaboração das formulações de massa alimentícia, foram as propriedades tecnológicas de tempo ótimo de cozimento, perda de sólidos, ganho de massa, atividade de água, cor (L^* , a^* , b^* , cromatidade, $^{\circ}\text{Hue}$) e firmeza. Cada resposta foi submetida a análise de variância (ANOVA), para nível de significância ($p \leq 0,05$), sendo estabelecidos os coeficientes de variação, determinação experimental, determinação ajustado (R_{aj}^2) e a falta de ajuste para modelos matemáticos gerados para cada variável resposta.

A cada modelo matemático gerado, obtiveram-se curvas bidimensionais de resposta do delineamento de mistura conforme Barros et al. (2010). Através destas plotagens foram avaliados o comportamento tecnológico experimental para os pontos de máximo e mínimo em cada fator analisado, obtendo as áreas variáveis de concentração em pseudocomponentes para as formulações dentro destes aspectos.

Para seleção da formulação mais desejada foi realizado o teste de desejabilidade com avaliação multifatorial dos parâmetros tecnológicos obtidos para as massas experimentais, com a utilização da função *response desirability profiling* do software estatístico, para as variáveis resposta de tempo ótimo de cozimento, ganho de massa, dureza e cor (L^* , a^* , b^*). A formulação experimental selecionada deveria apresentar menor tempo ótimo de cozimento, ganho de massa próximo a 100% e perda de sólidos abaixo de 6% conforme estabelecido por Hummel (1966), menor firmeza, maior luminosidade e menores valores das coordenadas de cor a^* e b^* .

Utilizou-se para a determinação do delineamento experimental de mistura, análise estatística, obtenção dos modelos matemáticos, plotagem das curvas de nível e o teste de desejabilidade o software computacional STATISTICA versão 7.0 (STATSOFT, 2007, Tulsa, EUA).

5.3.3. Resultados e Discussões

A composição proximal das matérias primas utilizadas para a produção das massas alimentícias experimentais tipo talharim (Tabela 20) indica que as três amostras apresentaram diferença significativa entre si segundo teste de Tukey ($p < 0,05$). Todas as matérias primas apresentam umidade abaixo de $14 \text{ g } 100\text{g}^{-1}$, estando de acordo com Brasil (1978) para o padrão de umidade em farinhas e farelos de grau alimentício.

Comparando FMA e FMB é possível observar que os teores de lipídeos totais de FMB são aproximadamente 20% maiores, e de proteína aproximadamente 9%, quando comparados à farinha de milho fibrosa (FMA). Consequentemente a farinha de milho proteico/gordurosa (FMB) apresenta maior teor de fornecimento energético.

Conforme estabelecido por Brasil (2004), 50g por dia é a ingestão diária recomendada (IDR) de proteínas para uma pessoa adulta. A FMB pode ser considerada de acordo com ANVISA (1998), um alimento fonte de proteínas, por conter em cem gramas, mais de 10% do IDR para uma pessoa adulta, ao se considerar o consumo da farinha pura.

A semolina (SEM) apresentou os maiores teores de proteínas quando comparada as demais farinhas. Valores semelhantes ($12,60 \text{ g } 100\text{g}^{-1}$) foram encontrados por Bruneel et al. (2010) em semolina de trigo convencional.

O conteúdo de fibra alimentar total em FMA apresentou maior teor em relação a SEM e FMB. Rose et al. (2010) estudando coproduto residual de milho com caráter fibroso encontraram valor de $52,6 \text{ g } 100\text{g}^{-1}$. Esse valor permite relacionar o coproduto analisado pelos autores, com o coproduto utilizado na elaboração das massas alimentícias experimentais. Na SEM utilizada no experimento foi evidenciado um teor de fibras três vezes maior do que o encontrado por Aravind et al. (2012) de $5,0 \text{ g } 100\text{g}^{-1}$ que avaliou semolina de trigo convencional. Este aumento no teor de fibras pode estar relacionado à presença de resíduos de farelo de trigo na composição da semolina utilizada.

Tabela 20. Composição proximal e parâmetros instrumentais de cor das matérias primas farináceas utilizadas na elaboração de massas alimentícias experimentais tipo talharim, semolina (SEM), farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico/gordurosa (FMB).

Característica	FMA	FMB	SEM
Umidade (g/100g)	$4,87 \pm 0,06^{\text{b}*}$	$4,29 \pm 0,04^{\text{c}}$	$13,32 \pm 0,09^{\text{a}}$
Cinzas (g/100g)	$0,55 \pm 0,01^{\text{c}}$	$0,68 \pm 0,01^{\text{a}}$	$0,67 \pm 0,03^{\text{b}}$
Extrato Etéreo Total (g/100g)	$4,57 \pm 0,11^{\text{b}}$	$23,40 \pm 0,51^{\text{a}}$	$0,83 \pm 0,05^{\text{c}}$
Proteínas (g/100g)	$0,61 \pm 0,05^{\text{c}}$	$7,12 \pm 0,08^{\text{b}}$	$12,33 \pm 0,57^{\text{a}}$
Fibra Alimentar Total (g/100g)	$44,12 \pm 0,62^{\text{a}}$	$3,66 \pm 0,30^{\text{c}}$	$15,94 \pm 1,35^{\text{b}}$
Carboidratos Totais (g/100g)	$89,38 \pm 0,13^{\text{a}}$	$64,51 \pm 0,55^{\text{c}}$	$72,85 \pm 0,63^{\text{b}}$
Valor Energético Total (kJ/g)	$1679,51 \pm 2,98^{\text{b}}$	$2081,37 \pm 10,61^{\text{a}}$	$1457,89 \pm 1,99^{\text{c}}$
L*	$90,50 \pm 0,30^{\text{a}}$	$85,33 \pm 0,52^{\text{b}}$	$89,42 \pm 1,31^{\text{b}}$
a*	$0,88 \pm 0,12^{\text{b}}$	$4,84 \pm 0,13^{\text{a}}$	$0,93 \pm 0,50^{\text{c}}$
b*	$14,40 \pm 0,33^{\text{b}}$	$20,97 \pm 0,41^{\text{a}}$	$10,46 \pm 0,54^{\text{c}}$
Croma	$14,43 \pm 0,34^{\text{b}}$	$21,52 \pm 0,40^{\text{a}}$	$10,51 \pm 0,56^{\text{c}}$
°Hue	$86,47 \pm 0,05^{\text{a}}$	$76,99 \pm 0,44^{\text{c}}$	$84,93 \pm 2,61^{\text{b}}$

*Valores acompanhados de letras diferentes na mesma linha apresentam diferença significativa entre si segundo teste de Tukey ($p < 0,05$).

A quantidade de fibras alimentares encontradas tanto em FMA, quanto em SEM, conforme estabelecido por ANVISA (1998), permitem que ambas sejam classificadas como alimentos ricos em fibras, já para FMB a farinha pode ser classificada como fonte de fibras.

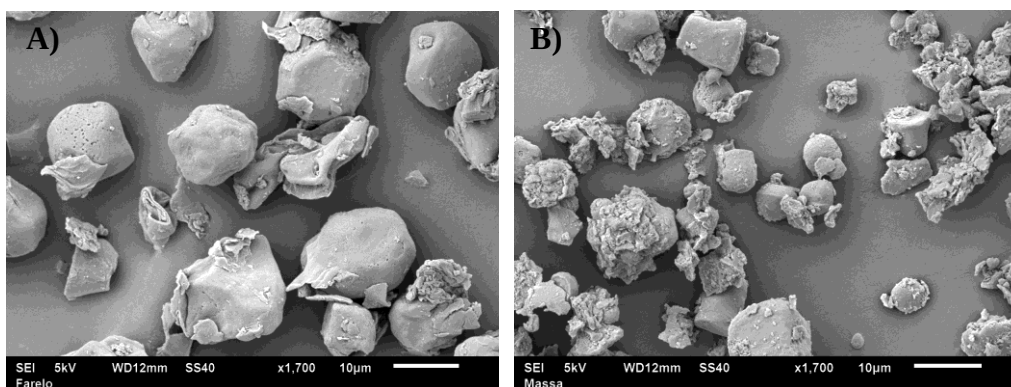
Os parâmetros instrumentais de cor demonstram que FMB apresenta maior perfil de cor amarelada, que FMA e SEM. Para Silva et al. (2008) isto se deve pela

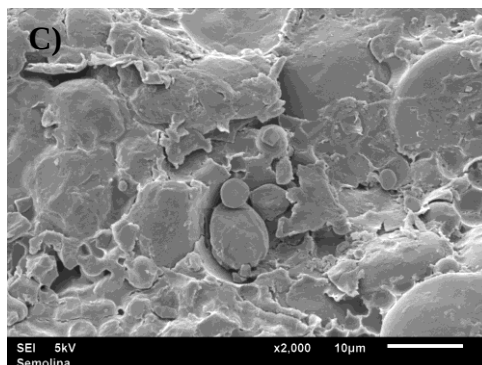
possibilidade da presença dos carotenoides como a zeaxantina e criptoxantina na composição da farinha. A presença da cor amarelada nesta matéria prima possibilita a promoção de pigmentação atraente às massas alimentícias.

A maior luminosidade (L^*) e os menores valores encontrados para os parâmetros a^* e b^* , bem como o aumento no ângulo Hue nas amostras de semolina e FMA, evidenciam a característica de cores próximas ao branco para ambas às matérias primas. Para Singh et al. (2012) a adição de farelo de milho com coloração próxima ao branco, semelhante à encontrada em FMA, não afeta significativamente o amarelamento e o avermelhamento de amostras de produtos de panificação como bolos, quando a substituição deste coproduto se apresenta abaixo de 30% em relação à substituição de farinha de trigo nestes produtos. Como a substituição máxima de FMA neste estudo foi de 25%, de acordo com os autores, é possível afirmar que o mesmo não influencia na tonalidade amarela das massas alimentícias experimentais.

Os grânulos de amido correspondentes às farinhas obtidas dos coprodutos da industrialização do milho apresentam o perfil convencional para os grânulos deste cereal (Figura 25), assemelhando-se aos encontrados por Jiranuntakul et al. (2011), que relataram formatos poligonais em análises em farinha de milho convencional. Em FMA (Figura 25 A) foi possível visualizar a presença de grânulos de maior dimensão, em relação à FMB (Figura 25 B), com evidências da presença de fibras. Como a separação deste farelo é realizada após o processo de moagem, os grânulos de amido de maior densidade e dimensão, podem estar presentes na composição do gérmen e cascas, podendo assim estar mais presentes nesta farinha.

Figura 25. Micrografias estruturais das matérias primas utilizadas na produção de formulações experimentais de massas alimentícias tipo talharim. (A) Farinha de milho fibrosa (FMA), (B) farinha de milho proteico/gordurosa (FMB), (C) semolina (SEM).





Para FMB (Figura 25 B) é possível observar sob mesma ampliação (1700x) que há a presença de grânulos de amido menores, com maior presença de compostos proteicos envoltos aos grânulos, que também apresentam conformação tetraédrica, assim como em FMA. A conformação estrutural da semolina em ampliação de 2000x apresenta grânulos de amido em formato ovalado e agregados em matriz proteica assim como encontrado por Roman-Gutierrez, Guilbert e Cuq (2002) em estudos com semolina integral sem hidrólise.

As massas alimentícias experimentais apresentaram composição proximal variável conforme as substituições de FMA, FMB e SEM (Tabela 21). As formulações experimentais F3, F4, F5 e F6 que continham maior quantidade de FMB apresentaram maiores teores de proteínas, em comparação às amostras F1 e F2. As maiores substituições de FMA quantificaram para as amostras F1, F2, F3 e F6 maiores conteúdos de fibra alimentar total.

Em todas as formulações foram encontrados teores de lipídios acima de 5 g 100g⁻¹, comportamento que atribui às massas tipo talharim experimentais o perfil de alimento de alto valor energético.

Os resultados obtidos para as massas alimentícias experimentais tipo talharim indicam que todas as formulações apresentaram caráter de alimentos ricos em fibras alimentares e proteínas (ANVISA, 1998; BRASIL, 2004).

Tabela 21. Composição proximal (b.s.) e valor energético total das formulações experimentais de massa alimentícia a partir da mistura de semolina (SEM), farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico/gordurosa (FMB).

Composição Proximal	F1	F2	F3	F4	F5	F6
Umidade (g/100g)	39,14±0,75 ^{ab*}	40,59±0,33 ^b	37,03±0,47 ^c	37,96±0,47 ^{ac}	38,40±0,72 ^{ac}	37,53±0,54 ^{ac}
Cinzas (g/100g)	1,09±0,01 ^a	1,09±0,023 ^a	1,14±0,04 ^{ab}	1,11±0,02 ^{ab}	1,15±0,03 ^{ab}	1,19±0,04 ^b
Extrato Etéreo Total (g/100g)	6,35±0,11 ^a	5,40±0,08 ^b	9,83±0,22 ^c	8,85±0,13 ^d	9,74±0,05 ^c	8,12±0,11 ^e
Proteínas (g/100g)	18,27±0,13 ^a	17,66±0,63 ^a	25,24±0,14 ^b	23,04±0,25 ^c	21,96±0,36 ^c	21,69±0,35 ^d
Fibra Alimentar Total (g/100g)	11,12±0,12 ^a	12,03±0,50 ^a	13,38±0,50 ^a	10,41±2,79 ^a	10,81±0,63 ^a	11,85±0,20 ^a
Carboidratos (g/100g)	75,24±0,20 ^a	74,90±0,63 ^a	63,79±0,12 ^b	67,29±0,33 ^c	65,14±0,33 ^d	68,99±0,29 ^e
Valor Energético Total (kJ/g)	1769,56±0,92 ^a	1789,32±1,30 ^b	1861,29±3,45 ^c	1834,99±1,87 ^d	1859,31±0,26 ^c	1824,78±0,87 ^d

*Valores acompanhados de letras iguais na mesma linha não apresentaram diferença significativa entre si segundo teste de Tukey (p<0,05).

Conforme Foschia et al. (2013), o aumento de fibras alimentares pode melhorar funções fisiológicas e se torna um modo importante na redução do índice glicêmico dos alimentos. A partir deste ponto de vista é possível afirmar que as fibras alimentares agregam características funcionais nos alimentos (ELLEUCH et al., 2011). Sendo assim, as massas experimentais podem se enquadrar no perfil de alimentos funcionais ricos em fibras, porém com alto fornecimento energético. Se adequando ao perfil de alimento funcional conforme estabelecido por Brasil (2008), apresentando concentrações de fibras acima de $3 \text{ g } 100\text{g}^{-1}$, para todas as formulações experimentais.

As formulações experimentais frescas apresentaram umidade acima de $35 \text{ g } 100\text{g}^{-1}$ valor que extrapola o máximo permitido por Brasil (2000) para este tipo de produto. Nas formulações F1 e F2, com maior substituição de FMA, o teor de umidade é ainda maior, quando comparado às demais formulações. Segundo Foschia et al. (2015) o aumento na quantidade de fibras, neste caso provenientes de FMA, modificam a estrutura da rede proteína-amido, de forma a aumentar a absorção de água e o grau de inchamento dos grânulos de amido, consequentemente aumentando a retenção de água e umidade, e alterando características tecnológicas da massa.

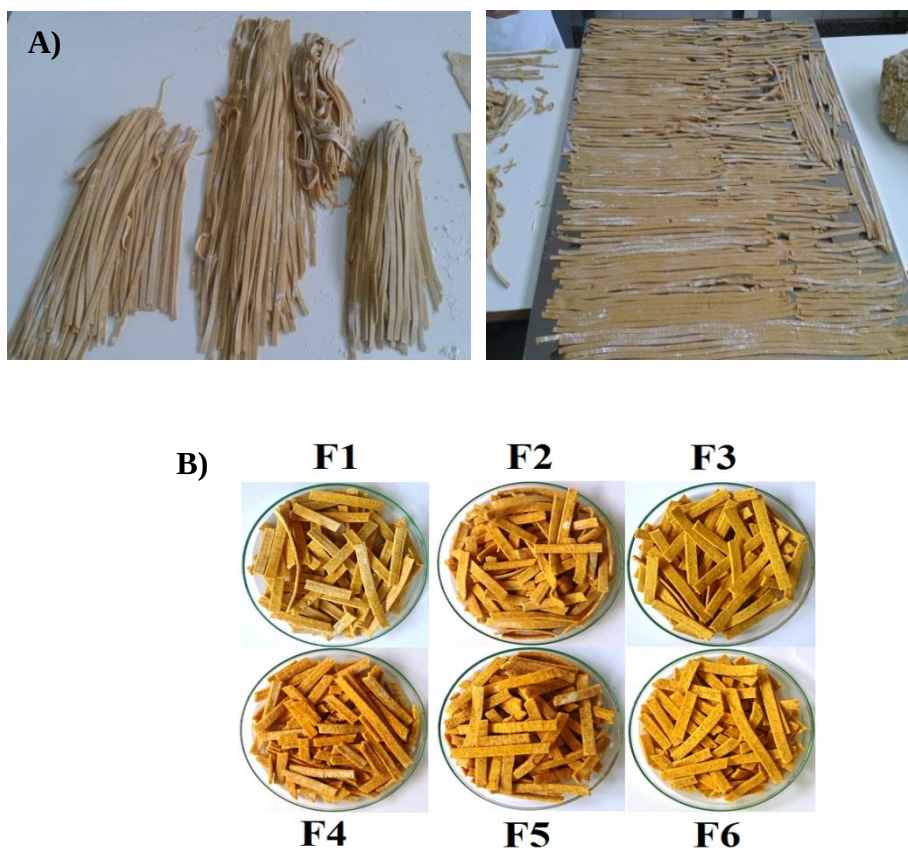
Os testes de cozimento podem ser diretamente influenciados pela composição e comportamento físico característico das matérias primas, características do produto final, sistemas de processamento, tipo de secagem e o próprio sistema de cozimento, utilizados nas formulações experimentais de massas alimentícias (NICOLETTI et al., 2007). As massas alimentícias experimentais frescas mostraram uniformidade em relação ao comprimento (20 cm), espessura (2,5 mm) e largura (5,2 mm). Apresentaram superfície lisa, sem rugosidades e coloração uniforme (Figura 26). Segundo Dexter, Matsuo e Morgan (1981) a manutenção das propriedades iniciais de produção, bem como os aspectos citados anteriormente, são fatores importantes na aceitação qualitativa das massas alimentícias.

De acordo com Jekle et al. (2016) durante o aquecimento, as interações entre os polímeros de proteína e amido são as principais modificações na estrutura das massas alimentícias. No processo de cozimento ocorrem a gelatinização do amido e a desnaturação da matriz proteica de glúten, gerando modificações estruturais conformacionais induzidas pelo aquecimento.

O tempo ótimo de cozimento (TOC), o ganho de massa (GM), a perda de sólidos (PS), a atividade de água (a_w), os parâmetros instrumentais de cor L^* , a^* , b^* , croma e

°Hue, bem como a firmeza das massas alimentícias experimentais tipo talharim, podem ser visualizados nos apêndices E e F.

Figura 26. Macarrão experimental. (A) Fresco, (B) Seco.



Os modelos de regressão com significância (P), coeficientes de determinação experimentais (R^2), coeficientes de determinação ajustados (R_{aj}^2), e falta de ajuste (F.A.) para as características das massas alimentícias estão apresentados na tabela 22.

Todos os modelos foram significativos ($p < 0,05$). Os efeitos das interações entre SEM, FMA e FMB foram significativos para as propriedades de TOC, GM, PS e firmeza ($p < 0,05$). A interação entre SEM e FMA não foi significativa ($p < 0,05$) para os parâmetros de cor a^* e °Hue. A interação SEM e FMB, para os parâmetros de a_w , a^* e °Hue, não foi apresentado comportamento significativo ($p < 0,05$). Para a propriedade de tempo ótimo de cozimento a interação SEM:FMB não foi significativa mas foi mantida para melhor ajuste do modelo.

Tabela 22. Modelos para propriedades tecnológicas de tempo ótimo de cozimento (TOC), ganho de massa (GM), perda de sólidos (PS) e atividade de água (aw), para parâmetros instrumentais de cor L*, a*, b*, Croma e °Hue, e para perfil de textura de firmeza, com coeficientes de nível de significância (P), coeficientes de determinação experimental (R²), coeficientes de determinação ajustados (R_{aj}²) e falta de ajuste (F.A.) em função dos teores de semolina (x₁), farinha de milho fibrosa (x₂) e farinha de milho proteico/gordurosa (x₃) (em pseudocomponentes) em massas alimentícias experimentais.

Resposta	Modelo*	P	R ²	R _{aj} ²	F.A.
TOC	$y = 24,33x_1 + 11,25x_2 + 1,96x_3 - 30,71x_1x_2 - 18,35x_1x_3 + 21,14x_2x_3$	0,0217	0,9912	0,9693	n.s.
GM	$y = 165,32x_1 + 474,92x_2 + 22,84x_3 - 721,87x_1x_2 - 31,69x_1x_3 - 124,72x_2x_3$	5E-5	0,9999	0,9999	n.s.
PS	$y = 0,26x_1 + 1,13x_2 + 0,39x_3 - 0,77x_1x_2 + 0,18x_1x_3 - 1,55x_2x_3$	0,0013	0,9995	0,9981	n.s.
aw	$y = 0,973x_1 + 0,968x_2 + 1,008x_3 + 0,084x_1x_2$	0,0001	0,9912	0,9847	0,0699
L*	$y = 68,73x_1 + 98,75x_2 + 42,43x_3 - 40,33x_1x_2 + 61,55x_1x_3$	0,0044	0,9853	0,9657	0,8236
a*	$y = 6,58x_1 + 6,64x_2 + 13,70x_3$	7E-4	0,9781	0,9694	0,1402
b*	$y = 33,03x_1 + 16,19x_2 + 70,07x_3 + 36,23x_1x_2 - 22,93x_1x_3$	0,0009	0,9949	0,9881	0,1332
Croma	$y = 33,64x_1 + 16,37x_2 + 72,25x_3 + 37,11x_1x_2 - 23,90x_1x_3$	0,0007	0,9957	0,9901	0,1676
°Hue	$y = 79,42x_1 + 78,62x_2 + 74,98x_3$	2E-4	0,9868	0,9816	0,4170
Firmeza	$y = 0,57x_1 - 4,56x_2 + 6,35x_3 + 29,52x_1x_2 + 4,56x_1x_3 + 5,81x_2x_3$	0,0001	0,9999	0,9998	n.s.

*Efeitos em itálico não foram significativos, porém foram mantidos para melhoria do ajuste dos modelos.

Os parâmetros de cor L^* , a^* , b^* , Croma e $^{\circ}\text{Hue}$, e a atividade de água apresentaram falta de ajuste significativa ($p < 0,05$). Apesar desta observação, os modelos preditos foram adotados por apresentarem os melhores ajustes de correlação experimental e ajustada, além de valores baixos para significância, não significativos, quando comparados aos demais modelos experimentais preditos para estas características das massas alimentícias.

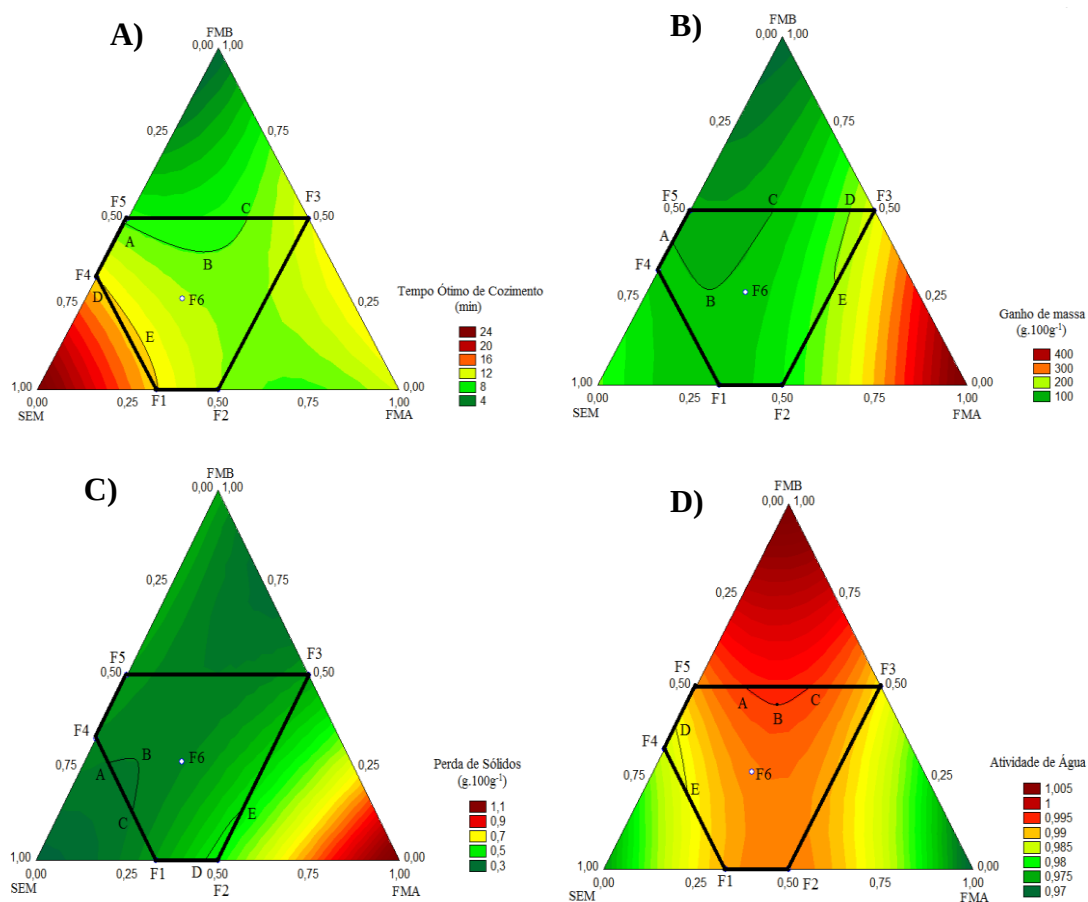
A figura 27 apresenta as curvas de nível resposta, obtidas a partir dos modelos gerados para TOC, GM, PS e a_w em função das propriedades de substituição de SEM, FMA e FMB em pseudocomponentes. Os menores TOC (abaixo de 10 min), estão na região representada pelos pontos A, B, C e F5 (Figura 27 A), com concentrações reais para SEM:FMA:FMB de 0,66:0,10:0,24, 0,60:0,18:0,22, 0,55:0,20:0,25 e 0,65:0,10:0,25, respectivamente. O maior TOC (13,22 min) encontra-se na área delimitada pela linha pontilhada na parte mais clara do gráfico, delimitada pelos pontos D, E e F1, este valor de TOC encontra-se para formulações com concentrações entre 0,70:0,11:0,19, 0,69:0,17:0,14 e 0,70:0,20:0,10, respectivamente.

Segundo Larrosa et al. (2016), durante o tempo ótimo de cozimento várias reações acontecem nas massas alimentícias como resultado do efeito de aquecimento e absorção da água, facilitando a umidificação das proteínas, gelatinização do amido e aumentos no peso e volume. Foi observado que houve um aumento no TOC (Figura 27 A), quando foram maiores as quantidades de SEM e menores de FMA e FMB (F1, E, F4), e também uma redução deste tempo nos maiores valores de FMB, menores de FMA e intermediários de SEM (A, B, C, F5).

Segundo Jekle et al. (2016), o aumento no tempo ótimo de cozimento, com o aumento no teor de SEM, pode estar relacionado ao fato de que a elevação na quantidade de glúten na matriz proteína-amido, juntamente à maior absorção de água por este componente, que influencia significativamente na redução da intensidade do processo de gelatinização do amido, como resultado deste processo a massa alimentícia apresenta necessidade de maior tempo de cozimento.

Sendo assim, os menores TOC apresentam concentrações de SEM entre 55 e 65%, concentrações de FMA entre 10 e 20% e concentrações de FMB entre 22 e 25% de substituição. E os maiores TOC apresentaram concentrações de SEM variando entre 69 e 70%, FMA entre 11 e 20% e FMB entre 10 e 19% de substituição.

Figura 27. (A) Tempo ótimo de cozimento (TOC), (B) ganho de massa (GM), (C) perda de sólidos (PS), (D) atividade de água (aw) de massa alimentícia fresca em função das concentrações de semolina (SEM), farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico/gordurosa (FMB) em pseudocomponentes. Área demarcada entre os pontos experimentais demonstra a área do gráfico possível de ser analisada. Os vértices de cada extremidade da área demarcada representam o valor máximo do pseudocomponente de cada componente da mistura.



Os maiores níveis de substituição de FMB nas formulações, de acordo com a caracterização proximal das massas, elevaram o teor de proteínas na composição das amostras. Segundo Delcour et al. (2000) o tempo ótimo de cozimento depende diretamente da taxa de penetração da água e do grau de gelatinização do amido, sendo a penetração da água mais facilitada em amostras com menor concentração de proteínas formadoras de glúten.

No caso das amostras experimentais em estudo, ao elevar a substituição de FMB, cujas proteínas do milho não apresentam perfil de formação de rede de glúten, houve também a redução da quantidade de SEM e manutenção das concentrações de

FMA, esta substituição possivelmente influenciou no enfraquecimento da rede de glúten e no aumento da absorção de água pelas amostras experimentais. Com o aumento da temperatura, durante o cozimento a coagulação das proteínas, pode ocorrer de forma mais rápida pelo enfraquecimento da rede de glúten, permitindo que a gelatinização do amido fosse facilitada e consequentemente promovendo a redução no TOC das amostras. Conforme Bustos et al. (2016), a absorção da água pela matriz proteica gera um gradiente de difusão da superfície para o centro da massa enquanto a gelatinização se inicia. As mudanças na matriz facilitam o aumento da penetração da água, criando uma estrutura complexa e porosa com rede filamentosa e os grânulos de amido gelatinizados, modificando a textura interna da pasta e consequente redução em seu tempo ótimo de cozimento.

O ganho de massa (GM) apresentou os maiores valores na região mais clara, demarcada pela linha tracejada entre os pontos D, F3 e E (Figura 27 B), os maiores valores com aproximadamente 200% de ganho de massa, foram encontrados entre as concentrações de 0,52:0,23:0,25, 0,50:0,25:0,25, 0,56:0,25:0,19, para as substituições de SEM:FMA:FMB, respectivamente nos três pontos delimitados. Os menores ganhos de massa, com aproximadamente 100%, foram encontrados na área mais escura delimitada pela linha pontilhada formada pelos pontos A, B, C e F5, onde as concentrações da mistura ternária para SEM, FMA e FMB, nos respectivos pontos foram de 0,68:0,10:0,20, 0,67:0,15:0,18, 0,58:0,17:0,25 e 0,65:0,10:0,25.

Desta forma, os maiores GM puderam ser encontrados em substituições de SEM entre 50 e 56%, FMA entre 23 e 25% e FMB entre 19 e 25%, enquanto que os menores em concentrações reais de 58 e 68% para SEM, 10 a 25% para FMA e 10 a 25% para FMB. Segundo Bruneel (1966), para apresentar boa qualidade, as massas alimentícias devem apresentar após a etapa de cozimento ganho de massa duas vezes maior em relação ao seu peso original, ou seja um ganho de 100%. Conforme as curvas de nível obtidas, as melhores massas alimentícias experimentais apresentaram valores de concentração de semolina intermediários, com maiores substituições de FMA e FMB sendo atribuídos os menores valores de GM.

Em valores mínimos de substituição de SEM, e máximos para substituição de FMA e FMB, a massa apresentou o maior ganho de massa. Este maior ganho de massa segundo Elleuch et al. (2011) se deve ao aumento no teor de fibras, tal fato pode ser observado pela composição proximal das formulações com maiores substituições de FMA, em que as fibras aumentam a capacidade de retenção de água, a capacidade de

retenção de óleo e as características de emulsificação, e consequente formação de gel. O aumento na capacidade de retenção de água pode ser atribuído ao ganho de massa nas amostras experimentais desenvolvidas entre os pontos D, E e F3.

A perda de sólidos (PS) na água de cozimento é a medida da presença de sólidos perdidos durante o processo de cozimento e é considerado um fator importante para a qualidade de massas alimentícias (KHAN et al., 2013). Os menores valores de perda de sólidos em água de cozimento foram encontrados na região mais escura da curva de nível resposta (Figura 27 C) determinada pelos pontos A, B e C, onde as concentrações de SEM:FMA:FMB para este parâmetro foram de 0,70:0,12:0,18, 0,67:0,15:0,18, 0,70:0,16:0,14, nos três respectivos pontos que delimitam a área marcada pela linha tracejada. Os maiores valores de PS foram encontrados na região mais clara do gráfico delimitados pela região em linha tracejada incluindo os pontos D, E e F2, onde estes apresentaram as respectivas concentrações de 0,66:0,24:0,10, 0,61:0,25:0,14, 0,65:0,25:0,10.

A variação da substituição, para maiores valores de perda de sólidos, foram para SEM entre 61 e 65%, para FMA entre 24 e 25% e para FMB entre 10 e 14%. Já os menores valores foram encontrados em variações de 67 a 70% para semolina, 12 a 16% para farinha fibrosa, e 14 a 18% para farinha proteico/gordurosa. Nota-se que as maiores substituições de FMA propiciam maiores perdas de sólidos quando comparadas as demais formulações experimentais de massa alimentícia.

O aumento da composição de fibras nas massas alimentícias pode influenciar no aumento da PS na água de cozimento. Conforme Foschia et al. (2015), o aumento no conteúdo de fibras gera uma ruptura na matriz proteína-amido promovendo uma distribuição desigual na absorção da água pela competição entre as tendências de hidratação das fibras e a hidratação da rede de glúten.

Em continuidade a este fenômeno para Sissons (2008) durante o cozimento a ruptura gerada pelas fibras, a matriz proteína-amido se desintegra gradualmente liberando grânulos por exudação durante a gelatinização do amido, acarretando em maiores perdas de sólidos. Paradoxalmente é possível comparar as amostras com maiores concentrações de SEM e menores substituições de FMA e FMB, pois essas apresentaram menores perdas de sólidos e, essa observação possivelmente se relaciona a maior presença de formação da rede de glúten, e menor quantidade de fibras.

Mesmo apresentando variações nas perdas de sólidos, todas as formulações experimentais de massa alimentícia tipo talharim apresentaram o perfil de produto com

alta qualidade segundo estabelecido por Hummel (1966) não extrapolando 6% de PS em água de cozimento relatado pelo autor.

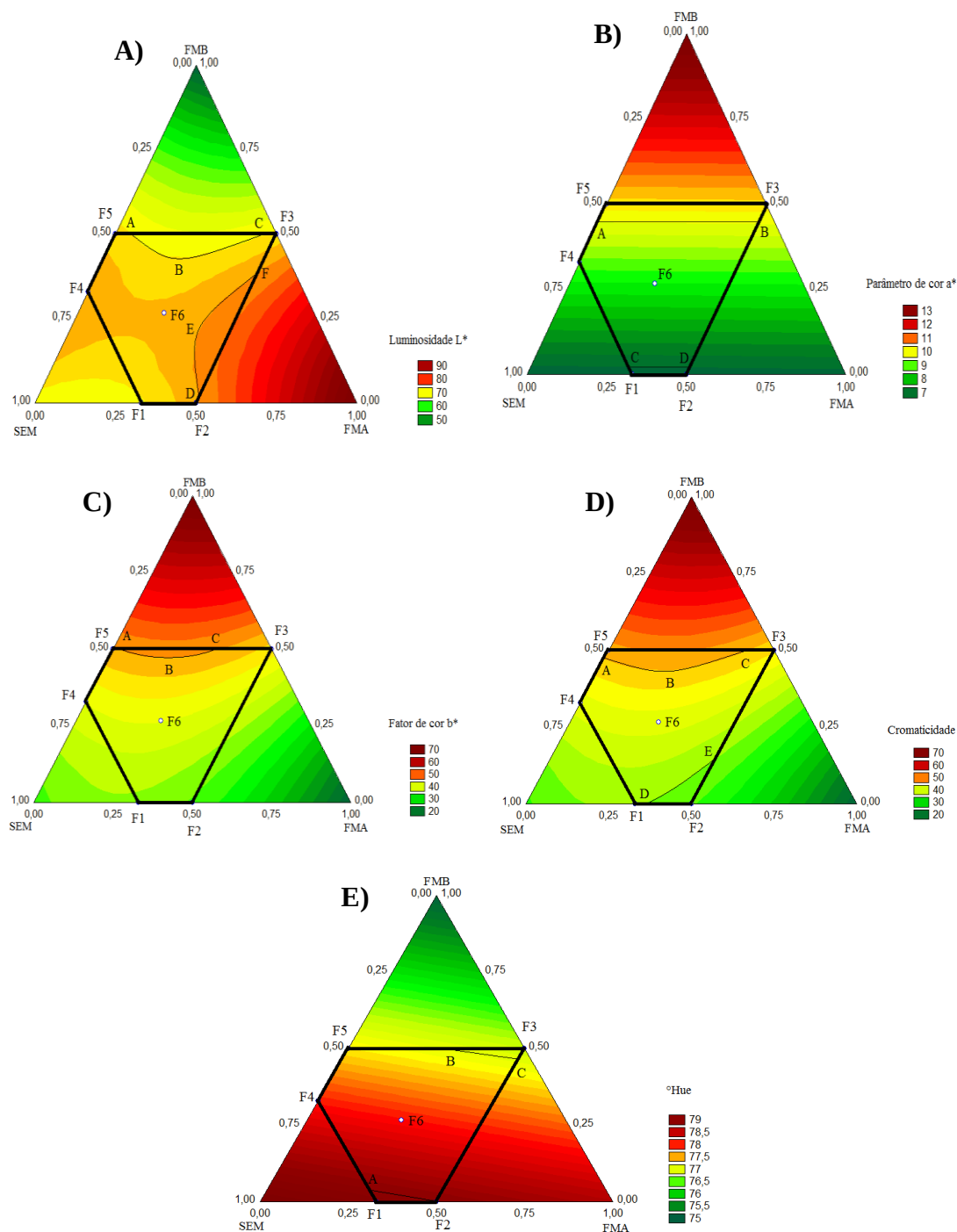
As maiores quantidades de atividade de água (Figura 27 D) nas amostras experimentais foram encontradas na região mais escura da curva de nível, delimitada pela linha tracejada marcada pelos pontos A, B e C, com concentrações de SEM:FMA:FMB de 0,60:0,15:0,25, 0,59:0,18:0,13, 0,56:0,19:0,25, em concentrações reais para os respectivos pontos. Já as concentrações menores de atividade de água foram encontrados na região mais clara determinada pelos pontos D, E e formulação experimental 4, onde as concentrações nestes pontos foram de 0,68:0,10:0,22, 0,70:0,13:0,17 e 0,70:0,10:0,20 para substituições de SEM, FMA e FMB.

As maiores atividades de água foram encontradas nas variações de 68 a 70% de semolina, 10 a 13% de FMA e 17 a 22% de FMB, com exceção de F4 todas as formulações experimentais apresentaram atividade de água com valores em torno de 0,99.

Os valores se apresentam maiores do que estabelecidos por DPR (2001), que é de 0,97. Entretanto, deve ser considerado que as amostras produzidas para este estudo não passaram pelos processos de pasteurização e secagem mínima, como normalmente realizado nos procedimentos industriais, com função de redução na atividade de água das massas conforme considerado por Zardetto et al. (2005).

Quanto aos aspectos de cor, as massas que apresentaram menores luminosidades em relação às concentrações de SEM, FMA e FMB podem ser determinadas pela área delimitada pelos pontos A, B e C, na região mais clara do gráfico de curvas de nível resposta (Figura 28 A), os níveis de substituição para estes pontos foram de 0,63:0,12:0,25, 0,60:0,17:0,23, 0,52:0,24:0,24, respectivamente para SEM:FMA:FMB. Os maiores valores para luminosidade (L^*) foram encontrados na região mais escura do gráfico delimitado pela linha pontilhada onde estão presentes os pontos D, E e F. As concentrações em relação à SEM, FMA e FMB foram 0,64:0,25:0,11, 0,61:0,22:0,17, 0,54:0,25:0,21, para os respectivos pontos.

Figura 28. (A) Luminosidade (L^*), (B) parâmetro instrumental a^* , (C) parâmetro instrumental b^* , (D) cromaticidade (Croma), (E) ângulo Hue ($^\circ\text{Hue}$) de massa alimentícia fresca em função das concentrações de semolina (SEM), farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico/gordurosa (FMB) em pseudocomponentes. Área demarcada entre os pontos experimentais demonstra a área do gráfico possível de ser analisada. Os vértices de cada extremidade da área demarcada representam o valor máximo do pseudocomponente de cada componente da mistura.



As concentrações máximas e mínimas de SEM, FMA e FMB para macarrões mais claros foram de 54 a 64%, 22 a 25% e 11 a 21% respectivamente, os macarrões mais escuros apresentaram concentrações variando entre 52 a 63%, 11 a 24% e 23 a 25% respectivamente. O aumento nas concentrações de FMB no talharim provocou uma redução no valor de L^* , este fator pode ser atribuído ao aumento da cor amarela, mais presente nesta farinha quando comparada com FMA e SEM, ocasionando o escurecimento das massas.

Singh et al. (2012) determinaram que o aumento de farelo de milho em concentrações acima de 20% de concentração na produção de pães interfere na qualidade da cor, de forma que o farelo na promoção do escurecimento da massa e aumento no amarelamento do produto. O resultado foi semelhante ao encontrado neste estudo onde o valor máximo da substituição chegou a 25%. Apesar do escurecimento na massa com o aumento das concentrações de FMB, segundo Agama-Acevedo et al. (2009) o decréscimo da luminosidade ocasionada pela substituição de diferentes farinhas na massa não deve influenciar na aceitabilidade do consumidor. Este fato é atribuído à questão de comercialmente haver massas de diversas cores, e estas serem facilmente aceitas comercialmente.

O parâmetro instrumental de cor a^* está relacionado a cor vermelha, e parâmetro instrumental b^* , característico do amarelamento em produtos, estes dois parâmetros são avaliados paralelamente, pois geralmente em misturas de diferentes composições os fatores a^* e b^* não são afetados largamente. Os maiores valores de a^* foram encontrados na região mais clara do gráfico (Figura 28 B) delimitada pelos pontos A, B, F3 e F5 onde as respectivas concentrações das farinhas SEM:FMA:FMB para este ponto variaram nos valores 0,63:0,10:0,27, 0,52:0,25:0,23, 0,50:0,25:0,25, 0,65:0,10:0,20. Desta forma é possível observar que entre as variações de SEM de 50 a 65%, FMA de 10 a 25% e FMB de 23 a 27% as massas experimentais apresentaram maior tendência a cor vermelha.

Os menores valores para a^* foram encontrados na região verde do gráfico delimitada pelos pontos C, D, F1 e F2 com concentrações de 0,70:0,19:0,11, 0,64:0,25:0,11, 0,70:0,20:0,10, 0,65:0,25:0,10 para as substituições de SEM, FMA e FMB. Nas variações de 64 a 70% de SEM, 19 a 25% de FMA e 10 a 11% de FMB, as amostras apresentaram menor resposta ao aumento da cor avermelhada. A maior presença de FMA e SEM nestas formulações, tende a influenciar nesta redução, conforme visto na tabela 20, os valores para a^* destas farinhas assemelha-se ao branco,

o que pode estar relacionado à coloração com menor entonação ao vermelho encontrada nas amostras experimentais.

Os maiores valores para o parâmetro instrumental de cor b^* encontraram-se na região do gráfico (Figura 28 C) delimitada pelos pontos A, B e C onde as concentrações para SEM, FMA e FMB foram 0,64:0,11:0,25, 0,60:0,16:0,24, 0,56:0,19:0,25, respectivamente para cada ponto. Com o aumento da concentração de FMB variando entre 24 e 25% o parâmetro de cor b^* apresentou um aumento em seu valor. A farinha de milho proteico/gordurosa dentre todas as matérias primas foi a que maior apresentou tendência à cor amarela, fato este que pode ser atribuído ao aumento desta coloração nas massas com o aumento das concentrações desta farinha.

Os valores encontrados para as massas experimentais, demonstraram aumento nos valores de a^* e b^* com o aumento da substituição de FMB, com esta adição os valores apresentaram coloração situada na região amarelo-avermelhada do quadrante de cor com média intensidade.

A cromaticidade (Croma) representa o comportamento da saturação de cor na amostra, onde valores para Croma próximos a zero simbolizam cores mais acinzentadas enquanto que próximos a 60 cores mas intensas e vívidas (BEM et al., 2012). Os menores valores para o Croma (Figura 28 D) foram encontrados na região delimitada pelos pontos D, E e F2, com concentrações para SEM, FMA e FMB, de 0,69:0,21:0,10, 0,61:0,25:0,14, e 0,65:0,25:0,10, respectivamente para cada ponto. As variações estabelecidas para as regiões com menor intensidade de cor foram de 61 a 69% de SEM, 21 a 25% de FMA e 10 a 14% de FMB. Os maiores valores para Croma foram encontrados na região mais alaranjado do gráfico (Figura 28 D) entre os pontos A, B, C e F5, a concentrações das farinhas para esta área variaram entre 0,64:0,10:0,26, 0,60:0,17:0,23, 0,53:0,22:0,25, 0,65:0,10:0,25, para os pontos respectivamente em teores de substituição de SEM:FMA:FMB. A cromaticidade mais intensa foi encontrada nas variações de 53 a 64% de SEM, 10 a 22% de FMA e 23 a 26% de FMB.

A presença de maiores teores de SEM e FMA nas formulações pelo seu caráter de cor próximas ao branco tendem a reduzir o valor do croma tornando as formulações mais opacas em comparação as com maior substituição de FMB, esta farinha apresenta cor mais intensa que as demais, elevando a tonalidade da cor para uma identificação mais intensa. Comportamento semelhante foi encontrado pela substituição da farinha de polpa de batata por farinha de soja desengordurada em massa alimentícia experimental desenvolvida por Limroongreunrat e Huang (2007), onde o aumento da concentração da

farinha de soja com tonalidade amarela mais intensa, influenciou diretamente na intensidade de cor das massas experimentais.

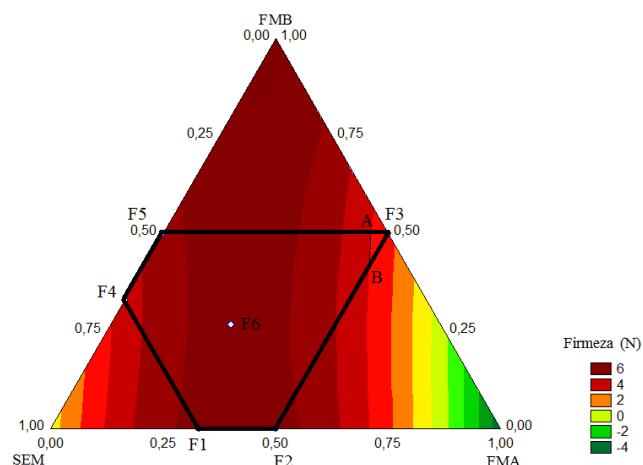
O ângulo Hue indica a tonalidade de cor propriamente dita das amostras. A variação do ângulo de 0 a 90°C indica tonalidades variáveis entre vermelho e amarelo. As maiores variações para °Hue (Figura 28 E) foram encontradas na região delimitada pelos pontos B, C e F3 com concentrações entre 0,56:0,19:0,25, 0,51:0,25:0,24 e 0,50:0,25:0,25 respectivamente para as concentrações de semolina, farinha fibrosa e farinha proteico/gordurosa. Os menores valores atribuídos para °Hue foram encontrados na região delimitada pelos pontos A, F1 e F2, com variações entre 0,70:0,19:0,11, 0,70:0,20:0,10 e 0,65:0,25:0,10.

As variações para tonalidade mais próxima ao avermelhado foram de 50 a 56% de SEM, 19 a 25% de FMA, e 24 a 25% de FMB. Para tonalidades mais próximas ao amarelo as variações foram de 65 a 70% para SEM, 19 a 25% de FMA e 10 a 11% de FMB. Assim como nos parâmetros a^* e b^* a tendência do aumento nas concentrações de FMA e SEM reduzem a tonalidade das massas para tons amarelados, já o aumento nas concentrações de FMB elevam estes tons para cores mais avermelhadas. Mesmo com a variação da tonalidade, as massas alimentícias experimentais tipo talharim apresentaram cores dentro do quadrante amarelo-avermelhada, também encontradas pela observação dos parâmetros instrumentais a^* e b^* .

Os menores valores de firmeza foram encontrados na área delimitada pelos pontos A, B e F3 (Figura 29), onde as concentrações reais de SEM, FMA e FMB foram para os respectivos pontos 0,51:0,24:0,25, 0,52:0,25:0,23 e 0,50:0,25:0,25. Desta forma a menor substituição de SEM que variou de 50 a 52% e as maiores substituições de FMA de 24 a 25% e FMB de 23 a 25% atribuem as formulações experimentais um perfil menos firme em comparação as demais.

Os compostos em maiores níveis de substituição FMA e FMB, assim como a SEM, agregam às formulações maiores teores de fibras. Manthey et al. (2004) afirmam que as fibras tendem a ter maiores tamanhos que outros componentes como o amido e as proteínas. Esta característica facilita a descontinuidade na matriz de glúten que parcialmente se desintegra durante o processo de cozimento diminuindo a firmeza das massas. No entanto, Flores-Silva et al. (2015) afirmam que massas com maiores teores de proteínas formadoras de glúten tendem a apresentar maiores valores para firmeza. Este comportamento pode ser atribuído às massas alimentícias experimentais deste estudo.

Figura 29. Firmeza de massa alimentícia fresca em função das concentrações de semolina (SEM), farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico/gordurosa (FMB) em pseudocomponentes. Área demarcada entre os pontos experimentais demonstra a área do gráfico possível de ser analisada. Os vértices de cada extremidade da área demarcada representam o valor máximo do pseudocomponente de cada componente da mistura.

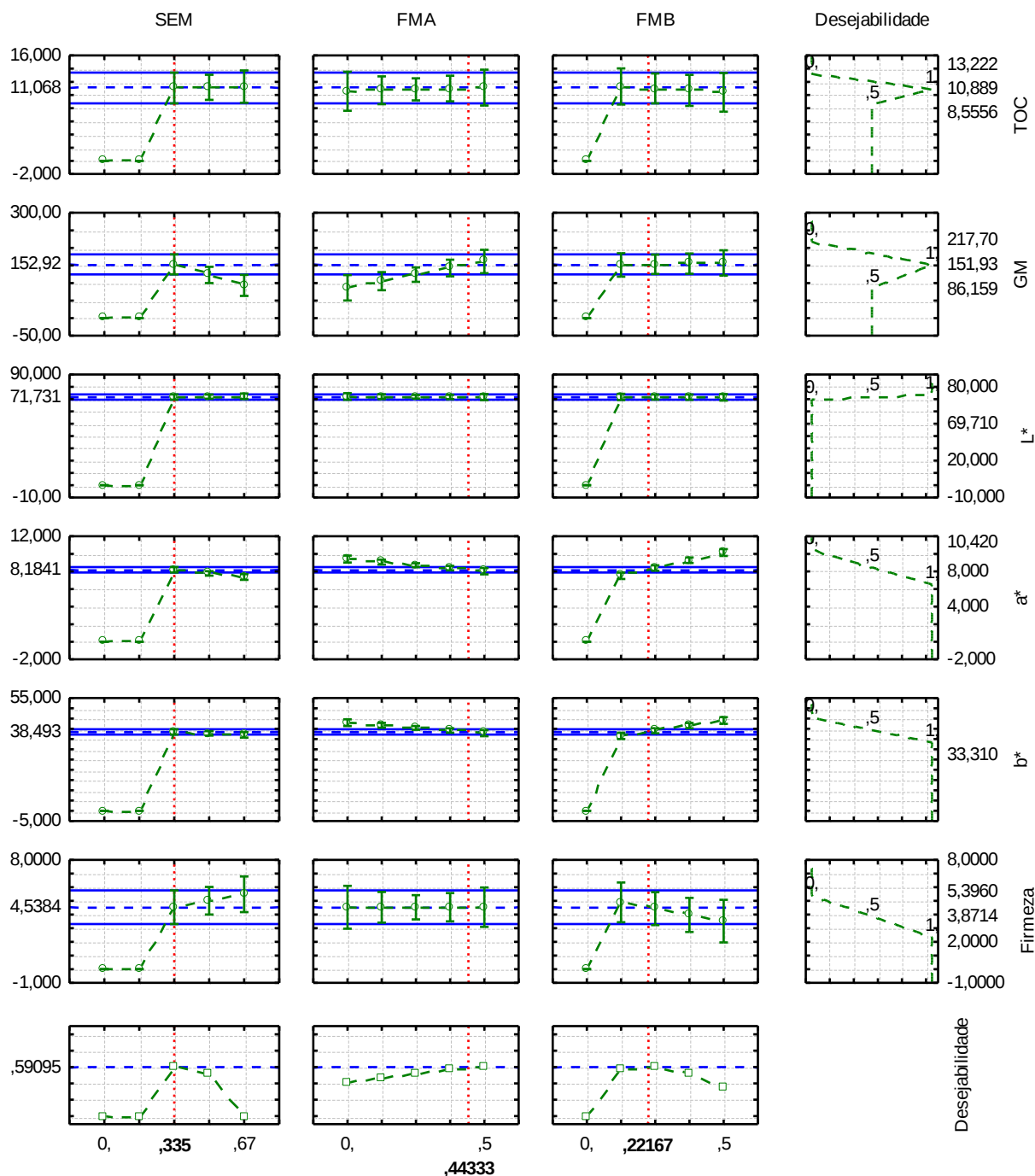


Após análise das propriedades tecnológicas das formulações experimentais realizou-se o teste de desejabilidade (Figura 30) onde a amostra mais desejável foi a que apresentou TOC intermediário, GM intermediário, menor firmeza, maior luminosidade (L^*), e menores parâmetros instrumentais de cor a^* e b^* . O resultado indicou uma formulação em concentrações reais de 60,05% para SEM, 23,3% para FMA e 16,7% para FMB, diferentemente das formulações experimentais estudadas. A partir da produção desta nova formulação (macarrão experimental – ME), esta foi comparada quanto as características de atividade de água, TOC, ganho de massa e perda de sólidos em água de cozimento à amostra de macarrão de sêmola tradicional.

Houveram diferenças significativas ($p < 0,05$) nas propriedades tecnológicas de GM e PS. Os parâmetros de TOC e atividade de água não apresentaram diferença significativa entre as amostras (Tabela 23).

A atividade de água afeta não apenas as taxas de alterações microbiológicas, mas também influencia em alterações químicas como reações de escurecimento enzimático e não enzimático e até mesmo a inativação de enzimas (AZEREDO, 2012). Desta forma o alto valor da atividade de água contribui em grande parte para a aceleração do processo de deterioração das amostras experimentais de massas alimentícias.

Figura 30. Teste de desejabilidade utilizando parâmetros de firmeza, parâmetros instrumentais de cor b^* , a^* e L^* , ganho de massa e tempo ótimo de cozimento, em pseudocomponentes.



O ganho de massa (GM) foi significativamente maior para ME. Essa formulação apresenta concentrações de FMA de 23,3%, e estes valores podem estar dentre os que apresentaram menores valores de GM segundo as curvas de nível resposta, e também

pela concentração de SEM de 60,05%. Entretanto é possível relatar que o aumento na concentração de FMA acarreta o aumento nas concentrações de fibras alimentares. Conforme Aravind et al. (2012) as fibras apresentam altas propriedades de absorção de água e competem com o amido pela hidratação durante o cozimento, desta forma a absorção de água pelos grânulos se torna menor aumentando a perda de sólidos, e o ganho de massa maior pela retenção da água pelas fibras e proteínas.

Tabela 23. Características de qualidade de macarrão experimental selecionado (ME) formulado com 16,7% de FMB, 23,3% de FMA e 60,05% de SEM, e de macarrão de sêmola de marca comercial.

Propriedade Tecnológica	ME	Comercial
Atividade de Água (aw)	0,9947±0,0032 ^{a*}	0,9911±0,0008 ^a
Tempo Ótimo de Cozimento (min)	9,50±0,58 ^a	10,11±0,02 ^a
Ganho de Massa (g 100g ⁻¹)	106,03±1,20 ^a	57,98±2,20 ^b
Perda de Sólidos (g 100g ⁻¹)	0,49±0,07 ^a	0,35±0,03 ^b

*Amostras com letras diferentes na mesma linha apresentaram diferença significativa segundo teste de Tukey (p<0,05).

A PS foi menor na amostra comercial quando comparada à amostra experimental selecionada. O macarrão comercial selecionado apresentava em sua composição semolina de trigo, ovos e água, sem adição de outros coadjuvantes de tecnologia, já a ME, continha em substituição da semolina concentrações especificadas de FMA e FMB. De acordo com Mazjoobi et al. (2012) com o aumento dos teores de glúten nas amostras a perda de sólidos reduz significativamente. Com o uso de 100% de semolina na amostra comercial esta afirmação pode ser atribuída ao resultado obtido neste estudo.

A validação dos modelos polinomiais foi realizada confrontando os resultados preditos pelo modelo para a amostra experimental selecionada (ME), com os resultados experimentais obtidos. A diferença significativa entre os modelos foi calculada pela análise de dispersão pelo método t de Student (p<0,05).

Com relação aos dados de TOC, GM, PS, aw, °Hue e firmeza os modelos preditos corroboraram para o resultado experimental não havendo diferença significativa entre os resultados experimentais e preditos (p<0,05). Os valores equacionados foram obtidos através da substituição das concentrações em pseudocomponentes de ME nas equações dos modelos dispostas na tabela 24. As diferenças significativas encontradas nos parâmetros de cor L*, a*, b* e croma podem

estar relacionadas aos erros experimentais ou aos coeficientes de determinação e falta de ajuste das equações dos modelos.

Tabela 24. Respostas tecnológicas, texturais e de parâmetros instrumentais de cor encontrados e esperados da formulação experimental selecionada no teste de desejabilidade, de acordo com os modelos preditos.

Parâmetro	Valores Preditos	Valores Experimentais	Dispersão	Variação
TOC	9,73	9,50	±1,50	0,23
GM	149,09	146,03	±3,51	3,06
PS	0,42	0,49	±0,21	-0,07
aw	0,9910	0,9947	±0,008	-0,0037
L*	78,13	75,71	±1,13	2,42*
a*	8,19	7,23	±0,48	0,96*
b*	37,46	35,46	±1,06	2,00*
Croma	38,29	36,19	±1,05	2,10*
°Hue	78,09	78,48	±0,80	-0,39
Firmeza	4,87	4,84	±1,60	0,03

*As amostras apresentaram diferença significativa entre os dados experimentais obtidos e os dados preditos pelo modelo segundo teste t de Student ($p < 0,05$).

A composição proximal da amostra selecionada (ME) é apresentada na tabela 25. Assim como as formulações experimentais de massa alimentícia tipo talharim, a ME apresentou teor de umidade alto, acima do estabelecido por Brasil (2000). O talharim selecionado pelo teste de desejabilidade pode também ser rotulado como alimento rico em fibras e proteínas, com perfil de alimento de alto fornecimento energético (ANVISA, 1998; BRASIL, 2004).

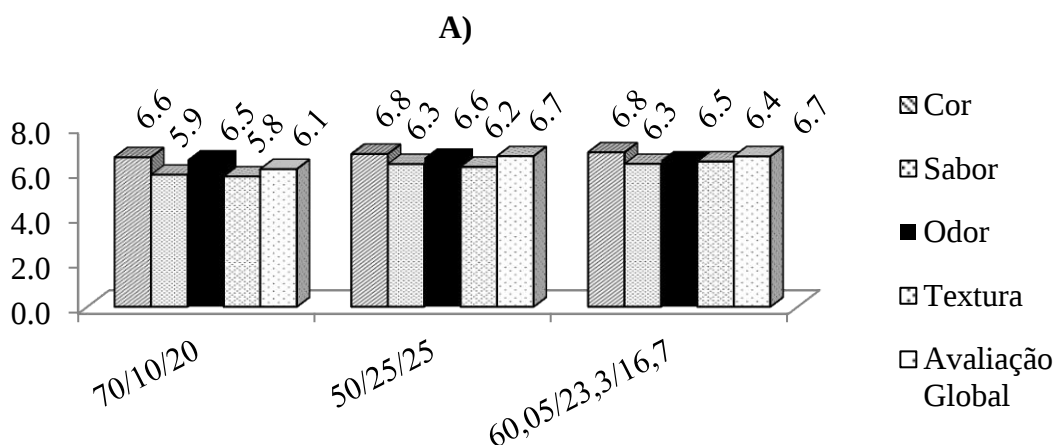
A avaliação da aceitação de um novo alimento pelo consumidor é o ponto de maior importância no sucesso do desenvolvimento de novos produtos. Para esta avaliação pode-se usar métodos afetivos, estes métodos medem de forma subjetiva a aceitação e intenções dos consumidores junto a um produto de forma individualizada ou em relação à outros.

Tabela 25. Composição proximal de macarrão experimental selecionado formulado com 16,7% de FMB, 23,3% de FMA e 60,05% de SEM.

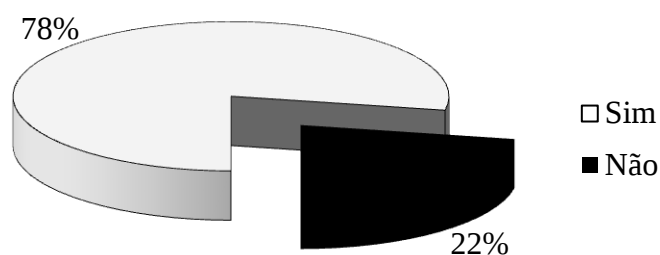
Composição Proximal	ME
Umidade (g/100g)	37,88±0,22
Cinzas (g/100g)	1,14±0,03
Extrato Etéreo Total (g/100g)	8,31±0,54
Proteínas (g/100g)	24,13±0,28
Fibra Alimentar Total (g/100g)	12,79±0,52
Carboidratos Totais (g/100g)	66,42±0,35
Valor Energético Total (kJ/g)	1828,36±1,81

A amostra ME foi avaliada por 50 provadores, juntamente às amostras das formulações F3 que apresentou maior teor fibroso, e F4 que apresentou maior teor proteico. Sendo os *scores* médios (Figura 31 A), de 6,54 para a amostra ME, 6,18 para a formulação F4 e 6,52 para a formulação F3. O ponto de corte estabelecido para aceitação sensorial das amostras conforme Gurgel et al. (2011), foi o ponto 6 que corresponde a “gostei pouco” na escala hedônica de 9 pontos. Desta forma pode-se considerar que o produto foi aceito sensorialmente pelos provadores.

Figura 31. (A) Aceitação sensorial de talharim experimental com maior conteúdo proteico (70/20/10), maior conteúdo fibroso (50/25/25) e amostra experimental selecionada no teste de desejabilidade (60,05/23,3/16,7) em concentrações reais para os parâmetros de cor, sabor, odor, textura e avaliação global. (B) Teste de intenção de compra da amostra de maior desejabilidade.



B)



Mirhosseini et al. (2015) elaboraram misturas de macarrão tipo *spaghetti* com substituição de semolina de trigo por farinha de milho e adição de farinhas de sementes de abóbora, *durian* e girassol, e obtiveram *score* médio de 6,5 para as amostras com substituição de até 25% de farinha de semente de abóbora, enquanto que o macarrão controle composto somente de farinha de milho apresentou *score* médio de 6,2 em escala hedônica de nove pontos. Wu et al. (2001) avaliaram a aceitação sensorial de *spaghetti* adicionado de *corn gluten meal*, composto semelhante à composição de FMB, com escala hedônica de dez pontos, obtendo aceitação global média de 6,8 pontos. Os trabalhos relatados trabalharam com matérias primas semelhantes às utilizadas neste experimento e apresentaram *scores* de aceitação semelhantes aos obtidos para o talharim experimental selecionado.

A análise de intenção de compra apresentou aceitação positiva, onde os fatores de provavelmente compraria e certamente compraria foram avaliados como intenção positiva se compra, enquanto os demais como intenção negativa de compra. Sendo assim 78% dos provadores (Figura 31 B) comprariam as amostras experimentais analisadas, com observações relevantes à comercialização do produto como alimento integral ou de caráter funcional.

Tanto as amostras de matérias primas utilizadas na elaboração das massas alimentícias experimentais, quanto às amostras disponibilizadas para análise sensorial apresentaram perfil microbiológico em concordância ao estabelecido por Brasil (2001).

5.3.4. Conclusão

Os resultados obtidos demonstraram que o uso combinado de semolina de trigo, farinha de milho fibrosa e farinha de milho proteico gordurosa na proporção de

60,05:23,3:16,7, permite o desenvolvimento experimental de uma massa alimentícia com melhor qualidade nutricional. Foi possibilitada a obtenção de alimento com boas características tecnológicas de cozimento, boas propriedades de textura, cor amarelada e com aceitação sensorial pelos consumidores significativa.

Desta forma, é possível concluir que o aproveitamento dos coprodutos da industrialização do milho na elaboração de novos alimentos se torna uma fonte viável de melhoria na redução de custos com tratamento de resíduos e consequentemente redução no impacto ambiental gerado por estes se descartados de forma incorreta, além de apresentarem uma fonte alternativa de introdução a componentes nutricionais de interesse funcionais na forma de alimentos consumidos em larga escala, como as massas alimentícias.

5.3.5. Referências Bibliográficas

AACC. American Association of Cereal Chemists. **Approved methods of the AACC**, St. Paul, 2000.

AGAMA-ACEVEDO, E.; ISLAS-HERNANDEZ, J. J.; OSORIO-DÍAZ, P.; RENDÓN VILLALOBOS, R.; UTRILLA-COELLO, R. G.; ANGULO, O.; BELLO-PÉREZ, L.A. Pasta with unripe banana flour: Physical, texture, and preference study. **Journal of Food Science**, v. 74, n. 1, p. 263-267, 2009.

ALMEIDA, D. **Fisiologia das alterações de cor**: Percepção e medição da cor, Porto, 2004. Disponível em: < <http://dalmeida.com/poscolheita/Cor1.pdf>>. Acesso em: 12 mai. 2014.

ANVISA. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Portaria nº 27 de 13 de janeiro de 1998. **Regulamento técnico referente à informação nutricional complementar**. Brasília, DF: ANVISA, 1998. Disponível em: <www.vigilanciasanitaria.sc.gov.br/index.php/.../192-rotulagem?...portaria...27-1998>. Acesso em: 11 jun. 2016.

AOAC. Association of official analytical chemists (United States of America). **Official methods of analysis**, Washington, ed. 18, 2016.

APHA. American public health association. **Compendium of methods for the microbiological examination of foods**, Washington, ed. 4, 676 p., 2001.

ARAVIND, N.; SISSONS, M.; EGAN, N.; FELLOWS, C. Effect of insoluble dietary fibre addition on technological, sensory, and structural properties of durum wheat spaghetti. **Food Chemistry**, Davis, v. 130, n. 1, p. 299-309, 2012.

AZEREDO, H. M. C. (Ed.). **Fatores que afetam a velocidade das alterações microbiológicas**. In: Fundamentos de Estabilidade de Alimentos, Brasília, DF, 2 ed., p. 20-24, 2012.

BARROS, B. N.; SCARMINIO, B.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos: Pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. Porto Alegre: Editora Bookman, 4 ed., p. 289-290, 2010.

BEM, M. S.; POLES, L. F.; SARMENTO, S. B. S.; ANJOS, C. B. P. Physicochemical and sensory properties of pasta prepared legume flours hidrothermally treated. **Alimentos e Nutrição**, Araraquara, v. 23, n. 1, p. 101-110, 2012.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **IX Lista de Alegações de propriedade funcional aprovadas**. Brasília, DF: ANVISA, 2008. Disponível em: <http://www.anvisa.gov.br/alimentos/comissoes/tecno_lista_alega.htm>. Acesso em: 15 set. 2016.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. C.P nº 80 de 13 de dezembro de 2004. **Regulamento técnico sobre a ingestão diária recomendada (IDR) de proteína, vitaminas e minerais**. Brasília, DF: ANVISA, 2004. Disponível em: <www4.anvisa.gov.br/base/visadoc/CP/CP%5B8989-1-0%5D.PDF>. Acesso em: 11 jun. 2016.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **RDC nº93 de 31 de Outubro de 2000**. Regulamento Técnico para Fixação de Identidade e Qualidade de Massa Alimentícia Brasília, DF: ANVISA, 2000. Disponível em: <http://portal.anvisa.gov.br/wps/wcm/connect/59cd1a004745896b9384d73fbc4c6735/RDC_93_2000.pdf?MOD=AJPERES>. Acesso em: 13 nov. 2015.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **RDC nº12 de 2 de Janeiro de 2001**. Regulamento técnico sobre padrões microbiológicos para alimentos. Brasília, DF: ANVISA, 2001. Disponível em: <http://bvsms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2001/res0012_02_01_2001.html>. Acesso em: 13 mai. 2014.

BRASIL. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução – CNNPA nº 12, de 1978. **Fixação dos padrões de identidade e qualidade de alimentos e bebidas**. Brasília, DF: ANVISA, 1978. Disponível em: <www.anvisa.gov.br/anvisa/legis/resol/12_78.htm>. Acesso em: 11 jun. 2016.

BRUNEEL, C.; PAREYT, B.; BRIJS, K.; DELCOUR, J. A. The impact of the protein network on the pasting and cooking properties of dry pasta products. **Food Chemistry**, Davis, v. 120, n. 1, p. 371-378, 2010.

BUSTOS, M. C.; PEREZ, G. T.; LEON, A. E. Structure and quality of pasta enriched with functional ingredients. **RSC Advances**, Cambridge, v. 15, n. 1, p. 30780-30792, 2015.

CARINI, E.; VITTADINI, E.; CURTI, E.; ANTONIAZZI, F.; VIAZZANI, P. Effect of different mixers on physicochemical properties and water status of extruded and laminated fresh pasta. **Food Chemistry**, Davis, v. 122, n. 1, p. 462-469, 2010.

CHILLO S.; LAVERSE J.; FALCONE P.M.; PROTOPAPA A.; DEL NOBILE M.A. Influence of the addition of buckwheat flour and durum wheat bran on spaghetti quality. **Journal of Cereal Science**, Londres, v. 47, n. 1, p. 144-152, 2008.

DELCOUR, J. A.; VANSTEELANDT, J.; HYTHIER, M. C.; ABECASSIS, J., SINDIC, M.; DEROANNE, C. Fractionation and reconstitution experiments provide insight into the role of gluten and starch interactions in pasta quality. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Davis, v. 48, n. 1, p. 3767-3773, 2000.

DEXTER, J. E.; MATSUO, R. R.; MORGAN, B. C. High temperature drying: Effect on spaghetti properties. **Journal of food Science**, Malden, v. 46, n. 1, p. 1741-1746, 1981.

DPR. Decreto del Presidente della Repubblica 9 Febbraio, n.187. **Regolamento per la revisione della normativa sulla produzione e commercializzazione di sfarinati e paste alimentari, a norma dell'articolo 50 della legge 22 febbraio 1994**. Italia, n. 146, 2001.

ELLEUCH, M.; BEDIGIAN, D.; ROISEUX, O.; BESBES, S.; BLECKER, C.; ATTIA, H. Dietary fibre and fibre-rich by-products of food processing: Characterization, technological functionality and commercial applications: A review. **Food Chemistry**, Davis, v. 124, n. 1, p. 411-421, 2011.

FLORES-SILVA, P. C.; BERRIOS, J. J.; PAN, J.; AGAMA-ACEVEDO, E.; MONSALVE-GONZÁLEZ, A.; BELLO-PÉREZ, L. A. Gluten-free spaghetti with unripe plantain, chickpea and maize: physicochemical, texture and sensory properties. **CyTA-Journal of Food**, Tamaulipas, v. 13, n. 2, p. 159-166, 2015.

FOGAGNOLI, G.; SERAVALLI, E. A. G. Application of passion fruit peel powder in fresh pasta. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v. 17, n. 3, p. 204-212, 2014.

FOSCHIA, M.; PERESSINI, D.; SENSIDONI, A.; BRENNAN, C. S. The effects of dietary fibre addition on the quality of common cereal products. **Journal of Cereal Science**, Londres, v. 58, n. 1, p. 216-227, 2013.

FOSCHIA, M.; PERESSINI, D.; SENSIDONI, A.; BRENNAN, M. A.; BRENNAN, C. S. How combinations of dietary fibres can affect physicochemical characteristics of pasta. **LWT – Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 61, n. 1, p. 41-46, 2015.

GOLDSTEIN, J. I.; NEWBURY, D. E.; ECHIL, P.; ROMIG, A. D. J.; LYMAN, C. E.; FIORI, C.; LIFSHIN, E. **Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis**. New York: Plenum Press, 1992, 675 p.

HAGER, A. S.; CZERNY, M.; BEZ, J.; ZANNINI, E.; ARENDT, E. K. Starch properties, *in vitro* digestibility and sensory evaluation of fresh egg pasta produced from oat, teff and wheat flour. **Journal of Cereal Science**, Londres, v. 58, n. 1, p. 156-163, 2013.

HUMMEL, C. **Macaroni Products: Manufacture Processing and Packing**, Londres: Food Trade, 1966, 287 p.

HUNTERLAB. **User's manual with universal software**. Reston, Hunterlab, v. 3.5, 1998.

ISLAS-RUBIO, A. R.; BARCA, A. M. C.; CABRERA-CHÁVEZ, F.; GASTÉLUM-COTA, A. G.; BETA, T. Effect of semolina replacement with a raw: popped amaranth flour blend on cooking quality and texture of pasta. **LWT – Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 57, n. 1, p. 217-222, 2014.

JEKLE, M.; MUHLBERGER, K.; BECKER, T. Starch-gluten interactions during gelatinization and its functionality in dough like model systems. **Food Hydrocolloids**, Columbus, v. 54, n. 1, p. 196-201, 2016.

JIRANUNTAKUL, W.; PUTTANLEK, C.; RUNGSARDTHONG, V.; PUNCHARNON, S.; UTTAPAP, D. Microstructural and physicochemical properties of heat-moisture treated waxy and normal starches. **Journal of Food Engineering**, Maryland Heights, v. 104, n. 1, p. 246-258, 2010.

KHAN, I.; YOUSIF, A.; JOHNSON, S. K.; GAMLATH, S. Effect of sorghum flour addition on resistant starch content, phenolic profile and antioxidant capacity of durum wheat pasta. **Food Research International**, Campinas, v. 54, n. 1, p. 578-586, 2013.

LARROSA, V.; LORENZO, G.; ZARITZKY, N.; CALIFANO, A. Improvement of the texture and quality of cooked gluten-free pasta. **LWT – Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 70, n. 1, p. 96-103, 2016.

LIMROONGREUNGRAT, K.; HUANG, Y. W. Pasta products made from sweetpotato fortified with soy protein. **LWT – Food Science and Technology**, Amsterdam, n. 1, v. 40, p. 200-206, 2007.

MANTHEY, F.A.; YALLA, S.R.; DICK, T.J.; BADARUDDIN, M. Extrusion properties and cooking quality of spaghetti containing buckwheat bran flour. **Cereal Chemistry**, St. Paul, v. 81, n. 1, p. 232–236, 2004.

MAZJOOBI, M.; OSTOVAN, R.; FARAHNAKY, A. Effect of gluten powder on the quality of fresh spaghetti made with farina. **International Journal of Food Engineering**, Suzhou, v. 8, n. 7, p. 1-14, 2012.

MIRHOSSEINI, H.; RASHID, N. F. A.; AMID, B. T.; CHEONG, K. W.; KAZEMI, M.; ZULKURNAIN, M. Effect of partial replacement of corn flour with durian seed flour and pumpkin on cooking yield, texture properties, and sensory attributes of gluten-free pasta. **LWT – Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 63, n. 1, p. 184-190, 2015.

PALADINO, L.; MASTROMATTEO, M.; LECCE, L.; COZZOLINO, F.; DEL NOBILE, M. A. Manufacture and characterization of gluten-free spaghetti enriched with vegetable flour. **Journal of Cereal Science**, Londres, v. 57, n. 1, p. 333-342, 2013.

PEÑA, E.; MANTHEY, F. A. Ingredient composition and pasta: water cooking ratio affect cooking properties of nontraditional spaghetti. **International Journal of Food Science and Technology**, Malden, v. 49, n. 1, p. 2323-2330, 2014.

PETITOT, M.; BOYER, L.; MINIER, C.; MICARD, V. Fortification of pasta with split pea and faba bean flours: Pasta processing and quality evaluation. **Food Research International**, Campinas, v. 43, n. 1, p. 634-641, 2010.

ROMAN-GUTIERREZ, A. D.; GUILBERT, S.; CUQ, B. Description of microstructural changes in wheat flour and flour components during hydration by using environmental scanning electron microscopy. **LWT – Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 35, n. 1, p. 730-740, 2002.

ROSE, D. J.; INGLETT, G. E.; LIU, S. X. Utilisation of corn (*Zea mays*) bran and corn fiber in the production of food components. **Journal of Science Food and Agriculture**, London, v. 90, n. 1, p. 915-924, 2010.

SANT'ANA, V.; CHRISTIANO, F. D. P.; MARCZAK, L. D. F.; TESSARO, I. C.; THYS, R. C. S. The effect of the incorporation of grape marc powder in fettucini pasta properties. **LWT – Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 58, n. 1, p. 497-501, 2014.

SCHOENLECHNER, R.; DRAUSINGER, J.; OTTENSCHLAEGER, V.; JURACKOVA, K.; BERGHOFER, E. Functional properties of gluten-free pasta produced from amaranth, quinoa and buckwheat. **Plant Foods for Human Nutrition**, Berlin, v. 65, n. 1, p. 339-349, 2010.

SILVA, E. M. M.; ASCHERI, J. L. R.; ASCHERI, D. P. R.; CARVALHO, L. M. J. Effect of extrusion parameters in the characteristics of pasta viscosity and water absorption index of pre cooked pasta prepared by mixed flour of brown rice and maize obtained by extrusion cooking. **Boletim Ceppa**, Curitiba, v. 26, n. 2, p. 239-254, 2008.

SINGH, M.; LIU, S. X.; VAUGHN, S. F. Effect of corn bran as dietary fiber addition on baking and sensory quality. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, Illinois, v. 1, n. 1, p. 348-352, 2012.

SISSONS, M. J.; TURNER, M. A.; SOH, C. H. N.; GANGULI, N. K. A survey of water-extractable arabinopolymers in bread and durum wheat and the effect of water-extractable arabinoxylan on durum dough rheology and spaghetti cooking quality. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, Malden, v. 88, n. 1, p. 2551-2555, 2008.

STONE, H.; SIDEL, J. L. **Sensory evaluation practices**. Florida, Academic Press, Cap. 7, 1992, 308 p.

WU, Y. V.; HARELAND, G. A.; WARNER, K. Protein-enriched spaghetti fortified with corn gluten meal. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Davis, n. 1,v. 49, p. 3906-3910, 2001.

ZANINI DE VITA, O. (Ed.) **Encyclopedia of pasta**. Oakland : University of California Press, 2009, 400 p.

ZARDETTO, S.; DALLA ROSA, M.; PLACUCCI, G.; CAPOZZI, F. Effect of extrusionprocess on chemical and physical properties of fresh egg pasta. **Tecnica Molitoria**, Padova, v.56, n. 5, p. 505-514, 2005.

5.4. ARTIGO 4

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SECAGEM NAS PROPRIEDADES DE MASSAS ALIMENTÍCIAS OBTIDAS DA MISTURA DE SEMOLINA E FARINHAS DE COPRODUTOS DE MILHO.

Resumo

Para avaliar o comportamento da temperatura de secagem de diferentes formulações de massas alimentícias, elaboradas por uma mistura ternária de farinha fibrosa de milho (FMA) e farinha proteico/gordurosa de milho (FMB), ambos subprodutos da industrialização do amido e semolina (SEM), foram analisadas as propriedades tecnológicas de tempo ótimo de cozimento, ganho de massa, perda de sólidos, textura, cor, atividade de água, propriedades térmicas, viscoamilográficas e estruturais. Sendo assim, o objetivo deste estudo foi verificar se as temperaturas de secagem de 30 e 90° C influenciam no comportamento das diferentes formulações das massas secas e posteriormente cozidas. As propriedades tecnológicas de tempo ótimo de cozimento, ganho de massa e perda de sólidos aumentaram proporcionalmente ao aumento da temperatura de secagem, devido às alterações causadas nos componentes estruturais da massa observados microscopicamente. A atividade de água foi menor quanto maior a temperatura utilizada. A textura apresentou maior dureza e firmeza para massas secas a 30°C, enquanto as secas em 90°C apresentaram maior fraturabilidade. As massas secas a 90°C apresentaram coloração mais escura diretamente ligada à degradação de pigmentos e reações bioquímicas como *browning* e reação de *Maillard*. As propriedades de pasta indicaram que a viscosidade de pico de empaste é inversamente proporcional ao aumento de temperatura, enquanto que o tempo de pico é diretamente proporcional. As propriedades térmicas foram alteradas conforme a formulação e elevação da temperatura de secagem. Assim, é possível observar que as diferentes formulações são diretamente afetadas tecnologicamente e estruturalmente pela temperatura de secagem.

Palavras-chave: resíduos, desidratação, macarrão, processamento, reaproveitamento.

5.4.1. Introdução

A desidratação ou secagem é uma das operações mais largamente utilizadas para ampliação da vida de prateleira de produtos. O princípio do método de secagem baseia-se na remoção da água e/ou redução de sua interação com outros compostos, de forma que reduza a atividade de água, e consequentemente a atividade microbológica, além de também a redução de alterações químicas, redução de custos com embalagem, transporte e distribuição, além da conveniência (AZEREDO, 2012).

As massas alimentícias podem ser secas em várias e diferentes condições de temperatura e umidade. Essas condições se modificaram com o passar do tempo transformando-as em produtos, com melhor palatabilidade e conveniência (OGAWA; ADACHI, 2014). Segundo Adachi et al. (2012), originalmente as massas alimentícias eram secas em baixas temperaturas, entretanto o uso de altas temperaturas de secagem de macarrões tem sido muito utilizadas devido a redução no tempo de processamento dos produtos e também da esporulação microbiológica de possíveis contaminantes.

Inicialmente os benefícios relacionados à alta temperatura de secagem estavam ligados ao controle microbiológico em massas adicionadas de ovos, no entanto, além desse controle, a temperatura de secagem também influencia diretamente na qualidade das massas alimentícias como na textura, cor, e perda de sólidos durante o cozimento (DEXTER et al., 1981).

As condições de secagem são categorizadas em baixa (LT), alta (HT) e altíssima temperatura (VHT), baseada nos valores de máximas de temperatura de 50, 70 e 85°C respectivamente, esta mesma codificação é utilizada para as massas alimentícias que passam por estes tratamentos de secagem (ADACHI et al., 2014). A secagem afeta diretamente o aspecto estrutural das massas alimentícias, agindo nos dois principais componentes de sua formulação básica, o amido e as proteínas (PETITOT et al., 2009).

Quando, microscopicamente observadas, as superfícies das massas secas apresentam diferentes e numerosos grânulos de amido, sendo recobertos por um filme proteico. Em alguns casos, pequenas fissuras são encontradas na matriz que recobre os grânulos, geralmente associados ao rompimento da tensão superficial na extensão da massa alimentícia durante a secagem (SADEGHI; BHAGYA, 2008). Para Zweifel et al. (2003) é possível observar que com o aparecimento dessas fissuras, com a secagem sob altas temperaturas, reforça a desnaturação das proteínas e suprime o inchaço e colapso dos grânulos de amido.

No processo de cozimento das massas alimentícias, a gelatinização do amido e a coagulação proteica são as principais alterações da estrutura do produto. No espaço inter granular a coagulação proteica e a interação entre uma forte rede de glúten apreendem os grânulos de amido, enquanto estes solubilizam, incham e gelatinizam preenchendo estes espaços formados, de forma que quanto mais rápida for a gelatinização do amido, menor será a interação e formação da rede de proteínas (PETITOT, 2009). A secagem se apresenta como um fator essencial para a manutenção da estrutura da massa após o processo de cozimento, a rede de proteína formada nos processos de secagem a baixas

temperaturas apresenta rupturas parciais e perdas na continuidade em comparação às secas em altíssimas temperaturas; sendo que nestas há um menor grau de inchamento dos grânulos de amido, prolongando a manutenção da microestrutura da massa mesmo a muito tempo após o cozimento (ZWEIFEL et al., 2003).

A formulação tradicional de massas alimentícias baseia-se principalmente na utilização de farinhas oriundas da industrialização do trigo. O milho, mesmo tendo uma ampliação em sua produção industrial, ainda tem a maioria de seus produtos voltados à alimentação animal, sendo poucos produtos voltados à alimentação humana, o que é relacionado geralmente com sua deficiência em aminoácidos essenciais como lisina e triptofano (SHOBHA et al., 2015). A utilização de coprodutos da industrialização pode ser uma alternativa, tanto para a valorização destes como para a substituição das matérias primas tradicionais. Para Geraldi et al. (2012) os coprodutos de milho podem ser utilizados em muitas formas diferentes dos usos convencionais, como enriquecendo massas alimentícias, biscoitos, entre outros.

Sendo assim, massas alimentícias, não tradicionais, frescas e secas têm sido cada vez mais disponibilizadas ao mercado, trazendo maior variedade de escolha ao consumidor, conveniência e diferente disponibilidade de nutrientes. Desta forma, o objetivo deste trabalho foi avaliar a interferência da temperatura de secagem no comportamento de massas alimentícias antes e após seu cozimento.

5.4.2. Material e Métodos

As farinhas utilizadas no experimento foram obtidas a partir dos coprodutos úmidos de milho oriundos da empresa FEBELA Agroindustrial Ltda, de Bela Vista de Goiás, Goiás, Brasil. Os coprodutos apresentavam caráter fibroso e de emulsão proteica/gordurosa e foram coletados diretamente na indústria produtora e transportados em caixas isotérmicas com gelo, para manutenção da temperatura, até o LABDARSA - Laboratório de Aproveitamento de Resíduos e Subprodutos Agroindustriais, da Escola de Agronomia da Universidade Federal de Goiás – Goiânia, Goiás, Brasil. Os coprodutos foram então imediatamente dispostos em bandejas e encaminhados à secagem em estufa de circulação forçada (TECNAL, TE-394/4, Piracicaba-SP, Brasil) à temperatura de 55°C/24h ou até que fossem alcançadas umidades abaixo de 13 g 100g⁻¹. Os produtos secos foram em seguida moídos em moinho de facas (TRAPP, TRF90

Júnior, Jaraguá do Sul-SC, Brasil), com padronização a 30 *mesh* obtendo-se a farinha fibrosa de milho (FMA), e a farinha proteico-gordurosa de milho (FMB).

A semolina utilizada na produção das formulações foi adquirida por doação da empresa Moinho Vitória, situado na cidade de Goiânia, Goiás, Brasil. Os reagentes utilizados nas análises foram todos de pureza analítica.

Utilizou-se o delineamento de mistura ternária (BARROS et al., 2010) para elaboração de macarrão tipo talharim (tabela 26), com as matérias primas: semolina de trigo (SEM), farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico/gordurosa (FMB). As formulações elaboradas variaram em seis tipos, com variações máximas de 70/25/25% e mínimas de 50/10/10% para SEM/FMA/FMB respectivamente, dentro do estabelecido estatisticamente no planejamento experimental.

Tabela 26. Planejamento experimental das formulações de massas alimentícias obtidas a partir de semolina (SEM) e das farinhas de coprodutos, FMA e FMB, e. Valores em concentrações reais (g do componente por 100 g de mistura) e pseudocomponentes.

Experimento	Proporções dos ingredientes na mistura ternária					
	Concentrações Reais			Pseudocomponentes		
	SEM (c1)	FMA (c2)	FMB (c3)	SEM (X1)	FMA (X2)	FMB (X3)
F1	0,70	0,20	0,10	0,67	0,33	0
F2	0,65	0,25	0,10	0,50	0,50	0
F3	0,50	0,25	0,25	0	0,50	0,50
F4	0,70	0,10	0,20	0,67	0	0,33
F5	0,65	0,10	0,25	0,50	0	0,50
F6	0,64	0,18	0,18	0,47	0,27	0,27

Fonte: STATSOFT (2007)

$X1+X2+X3 = 1$ ou 100%

As formulações foram produzidas conforme o protocolo utilizado por Vittadini et al. (2009), onde foi adicionada uma proporção de 30 ml de água para cada 100 g de mistura ternária com a função de hidratação da mistura, e modificação a partir da adição de 12,5 g de ovo em pó pasteurizado desidratado adicionado de 44 ml de água destilada, para hidratação do ovo. A massa foi misturada manualmente e moldada em cilindro (Imperia, Lusso-SP150, Pescara, Italy), até espessura de 2,5 mm. Após a moldagem, foi cortada em formato talharim com 5,0 mm de largura, em trefila, e 20 cm de

comprimento, cortados manualmente. Para cada formulação foram realizadas três repetições.

As formulações produzidas frescas foram separadas em dois grupos amostrais que foram encaminhados ao processo de secagem. O primeiro grupo recebeu o procedimento de secagem a temperatura de 30°C por 24 horas (secagem de baixa temperatura – LT, temperatura mínima de simulação de secagem ambiente) até alcançar um teor de umidade em torno de 8 g 100g⁻¹. O segundo foi seco a temperatura de 90°C por 6 horas (secagem em altíssima temperatura – VHT, temperatura maximizada ao extremo para condições de secagem) até obtenção da mesma condição de umidade anterior. As massas alimentícias foram secas em estufa de circulação forçada de ar (TECNAL, TE 394/4, Piracicaba-SP, Brasil).

Para determinação da atividade de água (*a_w*), foi utilizado um analisador de bancada (Acqualab, CX-2, Washington, EUA), mantido à temperatura constante de 25±3°C, com medições nas três repetições em triplicata nas amostras de todas as formulações para cada temperatura de secagem. As propriedades de cozimento analisadas para cada formulação, em relação às temperaturas de secagem, conforme Sereewat et al. (2015), foram o tempo ótimo de cozimento (TOC), perda de sólidos (PS) e ganho de massa (GM). A análise de TOC foi realizada conforme o método 16-50 da AACC (2000) com o cozimento de 10g de amostra em 140 ml de água destilada em ebulição, em placa de aquecimento (TECNAL, TE-0851, Piracicaba-SP, Brasil).

O TOC foi expresso em minutos e determinado através da compressão do produto cozido entre duas lâminas de vidro, até o desaparecimento do eixo central das massas alimentícias.

A PS foi determinada pela evaporação de 25 mL da água de cozimento em estufa (TECNAL, TE-394/3, Piracicaba-SP, Brasil) a 105°C até manutenção de peso constante, conforme metodologia estabelecida pelo método 66-50 da AACC (2000). Os resultados foram expressos em porcentagem. O ganho de massa foi determinado conforme método 66-50 (AACC, 2000).

A análise dos componentes de cor foi realizada nas amostras de todas as formulações experimentais pós secagem, nas temperaturas de 30 e 90°C, para avaliação da influência da temperatura neste parâmetro. Foram avaliados os parâmetros de cor L*, a*, b*, conforme Flores-Silva et al. (2015). Para a determinação dos parâmetros de cor, utilizou-se colorímetro (Konica Minolta, CR-10, Ramsey, EUA) com sistema CIEL L*, a*, b*, onde os valores de L* (luminosidade ou brilho) variam do preto (0) ao branco

(100), os valores de a^* variam do verde (-60) ao vermelho (+60) e os valores de b^* variam do azul (-60) ao amarelo (+60) (HUNTERLAB, 1998).

As amostras de massas alimentícias secas a 30 e 90°C, foram cozidas e então avaliadas quando a firmeza, conforme D'amico et al. (2015), com modificação da metodologia 16-50 da AACC (2000). Foram dispostos cinco fios paralelos de aproximadamente 5 cm de comprimento, em texturômetro, Texture Analyser TA.HD.plus (Stable Micro Systems, Surrey, Inglaterra), acoplado de lâmina de corte aparato de Warner-Blatzer, os parâmetros de teste foram, modo de compressão com velocidade de pré-teste de 5 mm s^{-1} , velocidade de teste de $0,25 \text{ mm s}^{-1}$, e velocidade de pós-teste de 10 mm s^{-1} , o modo alvo padronizado em distância no valor de 10 mm, a força do trigger estabelecida de 0,196N, e os resultados obtidos dados em Newton (N). Para avaliação do comportamento de quebra dos fios foi realizada a análise de teste de quebra 3-point-bending, determinando o comportamento da dureza e fraturabilidade, conforme metodologia adotada por Marti et al. (2011), os fios secos com aproximadamente 15 centímetros foram dispostos em dispositivo (HDP/3PB), com parâmetros de análise em modo de compressão, velocidade de teste de 10 mm s^{-1} , velocidade de pré-teste de $0,25 \text{ mm s}^{-1}$, e velocidade de pós-teste de 10 mm s^{-1} , modo alvo padronizado em distância de 10 mm e trigger force de 0,490 N.

Com intuito de verificar a influência da temperatura de secagem na gelatinização das massas alimentícias, as amostras foram moídas, e foi avaliado o perfil visco-amilográfico em equipamento Rapid Visco Analyser (RVA 4500, Perten Instruments, Hägersten, Suécia) com parâmetros de temperatura inicial de teste de 50°C, temperatura máxima de empaste de 95°C, velocidade máxima de 960 rpm e velocidade para empaste em 160 rpm, para cada formulação nas duas temperaturas de secagem (Stuknytė et al., 2014), utilizando padrão de umidade de 14% com 3,5g de amostra para 25 ml de água destilada. Os dados foram calculados através de software computacional (TCW3, *ThermoCline for Windows v3*, Sidney, Austrália) acoplado ao equipamento RVA, obtendo através das curvas de viscosidade os valores de viscosidade de pico de empaste, viscosidade final, tempo de pico de empaste e temperatura de empaste.

A análise do comportamento térmico das farinhas obtidas pela moagem das massas alimentícias secas, foi procedida de acordo com calorimetria diferencial de varredura (DSC Q20, TA Instruments, New Castle, EUA), como usada por Rahman et al. (2011), em procedimento hermético, com fluxo de calor de -40 a 10 W g^{-1} com variação de temperaturas de 40 a 160°C, determinando os pontos de variação de

entalpia de gelatinização (ΔH_{Gel}); temperaturas de pico inicial (T_{onset}), temperatura de gelatinização (T_{Gonset}), temperatura final de gelatinização (T_{Gend}).

A superfície e interior das massas alimentícias foram analisados através de microscopia eletrônica de varredura (MEV), em microscópio eletrônico (Jerol, JSM – 6610, Peabody, EUA) conforme procedimento adotado por Song et al. (2013), as amostras foram totalmente secas em estufa a 105°C/24h. O tempo de decomposição de ouro nas amostras foi de 98 seg, formando uma camada de 15 nm sobre o material. Foram analisadas a superfície em magnitudes de aumento de 45x, 150x, 1000x, 1600x e 4300x; e para o interior da quebra nas magnitudes de aumento de 50x, 1500x e 3000x, para este trabalho foram utilizadas as imagens da formulação F2, porém as imagens de todas as formulações estão disponíveis no Apêndice B.

Os resultados obtidos das análises realizadas nas massas alimentícias secas nas duas temperaturas de 30 e 90°C, foram avaliados estatisticamente por análise de variância (ANOVA), determinando a influência tanto da formulação quanto da temperatura de secagem através da interação destes dos parâmetros nas propriedades analisadas. Após este processo foi aplicado o teste de Tukey ($p < 0,05$) para comparação de médias, sendo usado de forma cruzado, demonstrando o comportamento das respostas dentro da interação tipo de formulação *versus* temperatura de secagem.

5.4.3. Resultados e Discussões

Os maiores valores de atividade de água foram encontrados nas massas secas à 30°C (Tabela 27), porém, de acordo com Alzamora et al. (2003), os valores estão dentro do recomendado para controle do crescimento microbológico, que é de 0,6. As formulações F4 e F5, à temperatura de secagem de 90°C, apresentaram os menores valores de atividade de água, em relação às demais amostras experimentais. Este fato pode estar relacionado à maior substituição de FMA na outras formulações. A farinha de milho fibrosa (FMA) apresenta tendência à maior absorção de água durante os processos de produção e secagem das massas, por seu maior teor de fibras.

Em estudo de massas alimentícias, Aravind et al. (2012) notaram que o aumento do teor de farelo fibroso em massa de semolina convencional, fez com que a massa apresentasse maior absorção de água. Isto pode estar diretamente relacionado ao maior

teor de atividade de água presente nas massas com maiores concentrações de FMA, em ambas as temperaturas.

Mesmo com variações mínimas do a_w de 0,35 em VHT de secagem, e máximas de 0,56 em LT de secagem, a quantidade de água permite outras alterações físico-químicas, como as deteriorações enzimáticas e não enzimáticas e as oxidações lipídicas (ROBERTSON, 2009). Partindo deste princípio é de extrema importância à análise de outros fatores, para aplicação em processos como armazenamento, estocagem, embalagem, entre outros, nas massas alimentícias deste estudo.

Na tabela 27, pode-se observar que houve um aumento do tempo ótimo de cozimento (TOC), conforme o aumento da temperatura de secagem. Güler et al. (2002) afirmaram que o aumento no tempo ótimo de cozimento pode estar diretamente relacionado ao alto dano causado pela temperatura na superfície dos grânulos de amido durante a secagem, isto pode ser visualizado nas figuras 32 E (LT) e 32 F (VHT), nos grânulos da superfície da massa seca, com ampliação de 1600x.

Malumba et al. (2013) verificaram que ao tratar as massas em LT a distribuição de tamanhos do grânulo de amido é similar à encontrada em amido nativo de semolina, mostrando que a temperatura não é alta o suficiente para que alterações afetem irreversivelmente a microestrutura destes grânulos e gelatinizem o amido. Com o aumento para altas (HT) e altíssimas temperaturas de secagem (VHT), o diâmetro dos grânulos de amido é aumentado, sendo perceptível uma termo dependência para alcance do equilíbrio dos tamanhos. Desta forma possibilita-se evidenciar a heterogeneidade da estrutura cristalina do interior granular. As figuras 32 I e 32 J, apresentam o corte longitudinal das massas secas, na formulação F2, em 30 e 90°C respectivamente, e permitem visualizar o efeito causado na superfície dos grânulos de amido conforme as temperaturas de secagem. O efeito de modificação na superfície do grânulo causada pela temperatura de secagem também pode ser observada nas demais formulações, o anexo B1.B e o anexo B1. D apresentam a superfície o grânulo com estas alterações.

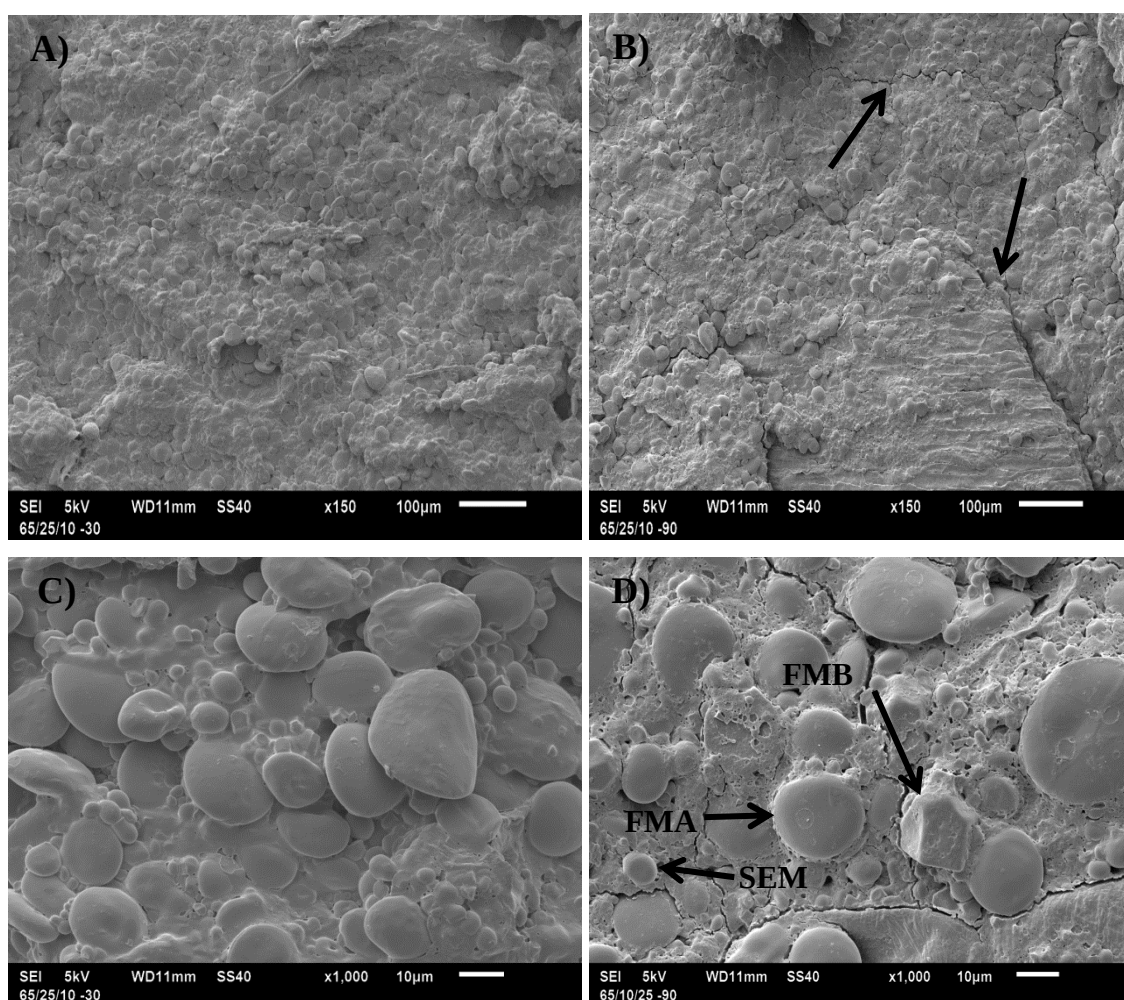
Tabela 27. Influência da temperatura de secagem (LT e VHT) nas propriedades tecnológicas de tempo ótimo de cozimento, ganho de massa e perda de sólidos; e na atividade de água, de massas alimentícias obtidas pela mistura ternária de SEM, FMA e FMB.

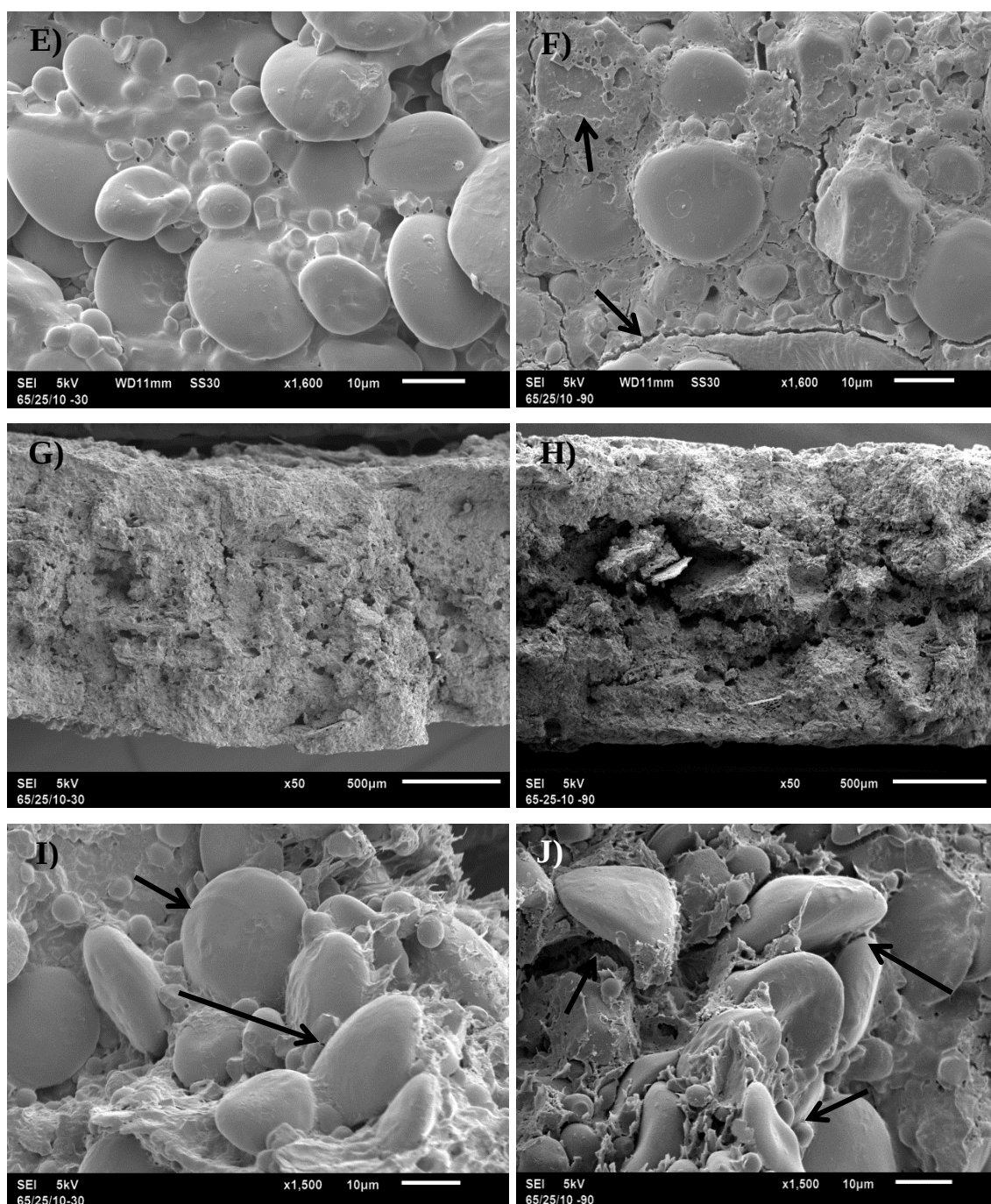
Tratamento	Propriedades Tecnológicas							
	Atividade de Água (aw)		Tempo Ótimo de Cozimento (min)		Ganho de Massa (g 100g ⁻¹)		Perda de Sólidos (g 100g ⁻¹)	
	30°C	90°C	30°C	90°C	30°C	90°C	30°C	90°C
F1	0,51±0,02 ^{BCa}	0,48±0,02 ^{Bb*}	22,67±0,87 ^{Cb}	36,78±2,44 ^{Ca}	186,13±4,75 ^{Db}	210,99±1,92 ^{Ba}	1,78±0,07 ^{Ab}	1,84±0,06 ^{Aa}
F2	0,56±0,03 ^{Aa}	0,47±0,00 ^{Ab}	19,89±1,05 ^{Ca}	20,11±1,36 ^{Da}	161,90±4,17 ^{Fb}	238,11±4,65 ^{Aa}	1,80±0,13 ^{Ab}	1,97±0,03 ^{Aa}
F3	0,49±0,01 ^{Ca}	0,46±0,02 ^{Bb}	26,56±1,33 ^{ABb}	44,78±2,17 ^{ABa}	217,20±4,70 ^{Ba}	197,57±5,01 ^{Cb}	0,67±0,06 ^{Cb}	1,43±0,08 ^{Ca}
F4	0,44±0,03 ^{Da}	0,35±0,01 ^{Db}	24,67±1,87 ^{Bb}	38,11±1,69 ^{Ca}	264,08±3,60 ^{Aa}	242,75±5,37 ^{Ab}	0,93±0,11 ^{Bb}	1,74±0,13 ^{Ba}
F5	0,49±0,01 ^{Ca}	0,35±0,01 ^{Db}	23,44±1,59 ^{BCb}	47,78±3,19 ^{Aa}	205,53±2,53 ^{Cb}	238,34±5,03 ^{Aa}	0,70±0,06 ^{Cb}	1,68±0,11 ^{Ba}
F6	0,54±0,01 ^{Aa}	0,42±0,02 ^{Cb}	30,00±0,67 ^{Ab}	42,78±1,48 ^{Ba}	176,55±4,44 ^{Eb}	191,64±1,95 ^{Ca}	0,70±0,04 ^{Cb}	1,06±0,04 ^{Da}

* Médias acompanhadas de letras maiúsculas na mesma coluna, para cada fator tecnológico específico não apresentam diferença significativa entre si, para as formulações conforme teste de Tukey (p<0,05).

Médias acompanhadas de letras minúsculas na mesma linha, para cada fator tecnológico específico não apresentam diferença significativa entre si, para as temperaturas de secagem conforme teste de Tukey (p<0,05).

Figura 32. Micrografias eletrônicas de varredura de massa alimentícia processada em diferentes temperaturas de secagem. Formulação 65% SEM, 25% FMA, 10% FMB. (A) superfície da massa alimentícia seca a 30°C, com ausência de fissuras e recobrimento completo da rede proteica. (B) superfície da massa alimentícia seca a 90°C, com identificação da formação de fissuras e rompimento da rede proteica. Superfície de massa alimentícia seca a 30°C em magnitude de x1000 demonstrando recobrimento integral dos grânulos de amido pela rede proteica (C e E). Superfície de massa alimentícia a 90°C em magnitude de x1000 e x1600, com identificação dos grânulos de amido de SEM, FMA e FMB (D), e indicação do rompimento, formação de fissuras e exposição dos grânulos de amido pela rede proteica danificada (F). Vista transversal da quebra da massa alimentícia tipo talharim seca a temperatura de 30°C evidenciando a formação de poros (G). Vista transversal da quebra da massa alimentícia tipo talharim seca a temperatura de 90°C evidenciando a formação de quebras e poros de maior dimensionamento (H). Micrografia transversal do interior da massa alimentícia seca nas temperaturas de 30 (I) com grânulos sem deformação e 90°C (J) com grânulos danificados pela temperatura.





Na figura 32 I os grânulos apresentaram superfície lisa e dimensão uniforme, característicos de massa alimentícia seca em LT, condizendo com o que foi encontrado por Malumba et al. (2012). É possível observar na figura 32 J, que os grânulos da massa em VHT de secagem apresentaram uma superfície tortuosa e desuniforme em comparação aos grânulos de massa seca em LT (Figura 32 I). Sendo assim, pode-se afirmar que o tempo de exposição à VHT foi suficiente para induzir ao início da gelatinização.

Ao comparar as formulações deste trabalho, é possível concluir que as amostras apresentaram diferenças significativas no aumento do tempo ótimo de cozimento, em relação à temperatura de secagem. As amostras do tratamento de VHT necessitaram em média de aproximadamente 14 min a mais para alcance do TOC, em relação às massas de LT de secagem. Segundo Petitot et al. (2009) a alta rigidez, bem como, o aumento da resistência ao aquecimento gerado pela temperatura de secagem a VHT, se relacionam ao aumento do efeito de recozimento, aumentando diretamente o tempo ótimo de cozimento (TOC).

A formação da rede proteica na elaboração da massa, em competição pela água com os grânulos de amido, durante o processo de secagem à VHT, permite uma alta hidratação inicial das proteínas antes da gelatinização do amido (PETITOT et al., 2010). Sendo assim, Heneen e Brismar (2003) observaram que a alteração deste gradiente de umidade, promove uma mudança contínua estrutural em direção ao núcleo central da massa, dificultando a difusão da água até os grânulos de amido, e gerando o aumento no tempo de cozimento. Nas figuras 32 G e 32 H, é possível observar, para ambas as temperaturas, a formação menos porosa e mais rígida nas extremidades externas das massas, sendo a massa seca à VHT (figura 32 H) a que apresentou a menor presença de porosidade nas extremidades superiores e inferiores, podendo estar relacionada ao aumento do TOC nestas formulações. A formação da rede de glúten pode ser observada no anexo B6. H, onde os grânulos apresentam superfície lisa e uniforme, em VHT, rodeados por uma matriz proteica contínua e compacta, demonstrando a possibilidade da necessidade de melhor hidratação das proteínas para formação da matriz, e redução no perfil de gelatinização dos grânulos durante o processo de cozimento, o que pode ser relacionado ao afirmado pelos autores.

As formulações F1 e F2, para ambas as temperaturas de secagem, apresentaram os menores valores para TOC. Essas formulações apresentam os maiores valores de substituição de FMA dentre todas as produzidas. De acordo com Piwińska et al. (2015) a diminuição do tempo de cozimento está relacionada ao maior aumento de absorção de água pela massa alimentícia, isto é causado pela ruptura física da matriz amido-proteína através da adição de compostos de maior teor fibroso, como é o caso de FMA. Resultado semelhante ao encontrado em F1 e F2, foi relatado por Aravind et al. (2012), em massa alimentícia de semolina adicionada de farelo de aveia, que afirmaram que o aumento no teor de farelo resultou na ruptura matricial no glúten.

Segundo Wójtowicz e Móscicki (2009) quando o amido é submetido a aquecimento em presença de umidade, como neste caso quando a massa fresca ainda possui alto conteúdo de umidade, as ligações de hidrogênio, que circundam a estrutura formada entre os grânulos e a água se enfraquecem permitindo que o amido absorva a água e possa sofrer inchamento. As formulações F3, F4, F5, F6 apresentaram as maiores substituições de FMB, ao serem secas tanto em LT quanto em VHT, com a possível desestabilização das pontes de hidrogênio, que permitem o inchamento dos grânulos, os componentes proteicos oriundos de FMB também podem competir pela absorção da água. Tal fato pode reduzir a disponibilidade de moléculas para o inchamento dos grânulos de amido, e promover um aumento no processo de gelatinização dos grânulos, consequentemente reduzindo sua capacidade de absorção de água durante um posterior processo de cozimento, que poderia originar um aumento no TOC devido a estas modificações estruturais.

A temperatura de secagem VHT influenciou significativamente o ganho de massa (GM) nas formulações F1, F2, F5 e F6 (Tabela 27), demonstrando uma elevação desta propriedade com o aumento da temperatura. Conforme Zweifel et al. (2003), o aumento da temperatura de secagem para VHT, promove uma melhoria no poder de inchamento dos grânulos de amido durante o processo de cozimento, promovendo melhoria no ganho de massa nas massas secas em VHT quando comparadas as secas em LT.

Em F3 e F4 o ganho de massa, se apresentou maior à temperatura de 30°C, estas duas formulações apresentaram maiores substituições de FMB e, portanto maior composição proteica devido a esta substituição e no caso de F4 ocorre ainda maior concentração de semolina. De acordo com Petitot et al. (2010) altas e altíssimas temperaturas de secagem poderiam promover uma maior agregação de proteínas e consequentemente um maior aprisionamento dos grânulos de amido na rede proteica. Este aprisionamento poderia reduzir a lixiviação da amilose durante o processo cozimento diminuindo assim o ganho de massa, como no caso de F3 e F4. A substituição de farinha proteico gordurosa nas formulações F3 e F4 pode ter possibilitado ainda a agregação proteica nas VHT de secagem, diminuindo o ganho de massa nestes tratamentos, desta forma este ganho seria mais acentuado em LT de secagem.

As formulações F1, F2 e F6 secas à temperatura LT apresentaram menor ganho de massa em relação às demais. De acordo com Piwińska et al. (2015) em alimentos

com alto conteúdo de farelos há uma menor absorção de água pelo amido devido a competição gerada pelas fibras com estes grânulos, pela água. Estas formulações apresentaram as maiores substituições de FMA, com caráter mais fibroso, que as demais formulações, o que possivelmente promoveu o comportamento de menor perda de sólidos.

Kunerth e Youngs (1984) relataram que os maiores níveis de perda de sólidos de *spaghetti* feitos com trigo integral ou semolina estão relacionados a rupturas na matriz de glúten, causadas geralmente pela presença de farelo, que através destas rupturas, proporcionam maior absorção de água expondo os grânulos de amido ao inchamento e posterior ruptura. Tal fato pode ser observado neste estudo, figuras 32 E e 32 F, que apresentam as superfícies com ampliação de 1600x das massas secas em LT e VHT respectivamente.

Foi possível observar em 32 E à LT que com o aumento da temperatura, a rede matricial da massa foi rompida pela formação de bolhas e fissuras, e ocorreu uma cobertura de forma homogênea dos grânulos de amido, não havendo rompimentos ou presença de fissuras na rede, já em 32 F à VHT de secagem percebeu-se que na temperatura de secagem de 90°C houve rupturas e danos na superfície de cobertura dos grânulos e da rede proteica.

A perda de sólidos (PS) foi maior em VHT para todas as formulações de massas alimentícias. Segundo Jambrec et al. (2013) isto acontece por algumas partes do grão do milho, como as cascas e o gérmen, ricos em fibras, principais componentes de origem de FMA e FMB, tenderem a gerar rupturas na rede proteica, o que afeta sua densidade e intensidade de sustentação dos grânulos de amido, facilitando o desprendimento destes grânulos durante o cozimento, aumentando a concentração de sólidos na água de cozimento. Este efeito pode estar relacionado ao aumento de PS nas formulações experimentais secas a 90°C. Foi observado nas micrografias a VHT, que esse tratamento auxilia na formação de rupturas e nos danos de cobertura da rede proteica dos grânulos. Tal fato está relacionado com a presença de compostos não formadores de glúten como as fibras, características da substituição de FMA e FMB nas formulações, e que podem ter facilitado ainda mais esta perda de sólidos.

As formulações F1 e F2 apresentaram maior perda de sólidos, independentemente da temperatura de secagem, em comparação às demais formulações. Para Marti et al. (2011) a adição de compostos que não contém glúten em ação conjunta à VHT de secagem, amplia a diluição de proteínas da rede formada a partir da semolina,

e interrompe ou enfraquece a estrutura geral da massa alimentícia, originando uma maior tendência de liberação de sólidos solúveis na água de cozimento. As substituições de farinha de milho fibrosa (FMA) em F1 e F2 são as maiores em comparação as demais formulações, demonstrando assim que independente da temperatura de secagem, o aumento no teor de fibras faz com que o comportamento das formulações seja semelhante ao apresentado pelos autores.

No entanto, mesmo com o aumento da perda de sólidos que ocorreu, com o aumento da temperatura de secagem, em ambos os tratamentos, as formulações apresentaram segundo Hummel (1966), a característica de massa ótima, com perda de sólidos menor que 6% em relação ao seu peso inicial.

A tabela 28 apresenta os resultados relativos aos parâmetros instrumentais de cor em cada formulação e para cada temperatura de secagem. O padrão de luminosidade (L^*) dos macarrões secos à VHT apresentou valores significativamente menores. Para as formulações F3 e F4 a redução não foi suficientemente significativa. Para Anese et al. (1999) a redução no parâmetro L^* , combinado ao aumento da temperatura de secagem, pode ser originado de reações de escurecimento não enzimático que podem ocorrer em altas temperaturas, fato que pode ter ocorrido nas formulações F1, F2, F5 e F6.

Foi observado também que com o aumento da substituição de FMA nas formulações, maiores foram os valores de L^* encontrados, esses resultados são similares aos encontrados por Flores-Silva et al. (2015) em massa alimentícia com substituição parcial de semolina de trigo por farinha de milho.

Tabela 28. Fatores resposta de cor em relação à influência da temperatura de secagem (LT e VHT) em massas alimentícias oriundas da mistura de SEM, FMA e FMB.

Tratamento	Cor					
	L*		a*		b*	
	30°C	90°C	30°C	90°C	30°C	90°C
F1	70,72±1,71 ^{ABa}	67,90±2,26 ^{ABb}	6,67±0,58 ^{Cb}	9,56±1,05 ^{Aa}	29,71±1,87 ^{Ca}	28,16±1,53 ^{Aba}
F2	72,43±2,15 ^{Aa*}	67,06±2,70 ^{ABb}	6,32±0,67 ^{Cb}	9,42±0,88 ^{Aa}	30,36±1,15 ^{BCa}	28,87±3,35 ^{Ba}
F3	71,05±3,26 ^{Aa}	69,15±2,67 ^{Aa}	7,57±0,33 ^{CBa}	7,76±0,57 ^{Ba}	34,02±1,56 ^{ABa}	33,06±1,19 ^{Aa}
F4	67,20±1,70 ^{Ba}	65,00±2,09 ^{Ba}	8,69±0,40 ^{ABa}	9,09±0,58 ^{Aa}	33,20±1,79 ^{ABCa}	31,11±1,99 ^{ABa}
F5	63,17±2,60 ^{Ca}	62,12±3,15 ^{Ab}	9,98±0,39 ^{Ab}	10,15±0,79 ^{Ba}	35,83±2,08 ^{Aa}	28,18±2,56 ^{Bb}
F6	70,88±1,73 ^{Aa}	68,40±2,21 ^{ABb}	8,13±0,50 ^{Bb}	9,46±1,35 ^{Aa}	34,45±1,26 ^{BCa}	31,83±0,95 ^{ABa}

* Médias acompanhadas de letras maiúsculas na mesma coluna, para cada fator de coloração específico não apresentam diferença significativa entre si, para as formulações conforme teste de Tukey (p<0,05).

Médias acompanhadas de letras minúsculas na mesma linha, para cada fator de coloração específico não apresentam diferença significativa entre si, para as temperaturas de secagem conforme teste de Tukey (p<0,05).

Segundo Oliver et al. (1993) nos processos de escurecimento, os valores apresentam tendências à colorações amarelas ou marrons, e estão relacionadas à reações enzimáticas aceleradas pelo aumento da temperatura de processamento, já os níveis de coloração vermelha estão diretamente relacionados às reações de *Maillard*. Observou-se tendência nas formulações F1, F2, F3, F4 e F6, de redução nos valores da coordenada (b^*), porém esta diminuição não apresentou diferença significativa quanto ao aumento da temperatura de secagem, com exceção de F5.

Para Koblitz (2013) a redução no amarelamento das massas alimentícias se dá pela ação das lipoxigenases na destruição dos carotenoides presentes na massa. Componentes lipídicos, como os presentes nas massas pelas substituições de FMB, quando expostos ao ar e ao aquecimento, como em VHT de secagem, tendem a apresentar características equivalentes à ácidos graxos em final do processo de oxidação, a polimerização (COULTATE, 2004). Sendo assim é possível ligar a atuação das lipoxigenases à catálise oxidativa iniciada no processo de secagem.

Em VHT de secagem foi observado um aumento significativo em relação à LT nos valores para parâmetro a^* . O aumento nas características de cor vermelha em massas alimentícias secas a VHT relatado por Piwińska et al. (2016) pode estar relacionado à reações de *Maillard*.

As micrografias superficiais da massa alimentícia (F2) seca evidenciam que o aumento da temperatura de secagem induz à formação de fissuras e quebras em VHT quando comparadas à amostra seca a 30°C (Figura 32 A e 32 B). A temperatura de 90°C juntamente com a adição dos componentes estruturais presentes nas farinhas de coprodutos podem ter interferido na ruptura e descontinuidade da matriz amido/proteína, permitindo uma maior exposição dos grânulos de amido (Figuras 32 C e 32 D) e modificações nas propriedades tecnológicas no cozimento.

Como encontrado por Aravind et al. (2012), tanto a vista longitudinal quanto a superfície da massa, apresentam maior irregularidade superficial nas amostras secas em VHT que nas amostras LT (Figuras 32 A, 32 B, 32 G e 32 H). Grânulos de amido distintos são encontrados nas micrografias isto devido a mistura ternária, base das formulações das massas alimentícias, ser formada por SEM, FMA e FMB (Figura 32 D).

Conforme Mercier et al. (2011) à altíssima temperatura de secagem, a rede de proteína formada apresenta-se mais densa e contínua. Esta compactação pode ser vista na Figura 32 F, e pode estar diretamente relacionada aos aumentos significativos nos

tempos ótimos de cozimento, ganhos de massa e perdas de sólidos com a utilização de VHT de secagem.

O tratamento em VHT pode causar a desnaturação proteica promovendo a reticulação das gluteninas e gliadinas presentes na rede do glúten, de forma a gerar uma rede mais rígida e compacta, este aumento da resistência da rede matricial proteica impede a hidratação e inchamento dos grânulos de amido durante os processos de cozimento (FLORES-SILVA et al., 2015). Song et al. (2013) encontrou em massa alimentícia superfícies transversais com recobertura não uniforme da rede de glúten juntamente com grânulos de amido embebidos completamente por esta rede. Quando observado o corte transversal das micrografias (Figura 32 G e 32 H) da massa alimentícia (F2), tanto para a temperatura de 30°C quanto para 90°C é possível notar essa ruptura da rede na região interior do fio em forma de talharim.

Nas micrografias da massa seca em VHT é possível observar que mesmo com a presença de fissuras, ainda é notável que os grânulos de amido estão envoltos em uma rede porosa, possivelmente formada pelo complexo entre proteínas do ovo, utilizado na formulação, e superfície dos grânulos. Esta observação concorda com os resultados obtidos por Fiorda et al. (2013), que relata sobre a formação de complexos das proteínas do ovo e amilose, recobrando a superfície dos grânulos de amido, com um filme insolúvel que influencia diretamente no tempo de cozimento, e redução da perda de sólidos.

A presença de fissuras na estrutura das massas alimentícias secas faz com que a textura sofra influência direta tanto nos produtos secos crus, quanto após o processo de cozimento. Neste estudo foi possível observar que as formulações secas a 90°C apresentaram fraturabilidade maior em relação as amostras secas a 30°C (Tabela 29). No entanto, para a formulação F3 a temperatura não teve influência inversa quanto ao aumento da fraturabilidade. A presença de maiores quantidades de FMA e FMB na composição da massa, com consequente aumento dos teores de fibras e proteínas, pode estar relacionada segundo Marti et al. (2011), à maior compactação dos componentes secos a 30°C, que poderia aumentar a fraturabilidade, quando comparada às secas a 90°C.

Entre os tratamentos estudados foi possível observar que as massas apresentaram características de textura específicas em cada formulação, fator que possivelmente está relacionado aos diferentes níveis de substituição de farinhas em sua composição.

Tabela 29. Perfil do comportamento de textural de massas alimentícias obtidas pela mistura SEM/FMA/FMB de secas nas temperaturas de secagem de 30°C e 90°C nos testes de firmeza (Warner-Blatzer) e quebra (3-point-bending).

Tratamento	Textura					
	3 - Point - Bending				Warner - Blatzer	
	Dureza (N)		Fraturabilidade (mm)		Firmeza (N)	
	30°C	90°C	30°C	90°C	30°C	90°C
F1	114,21±2,65 ^{Da*}	74,69±2,81 ^{Eb}	1,261±0,03 ^{Eb}	3,641±0,14 ^{Ca}	3,513±0,16 ^{Cb}	3,616±0,17 ^{Ba}
F2	129,04±4,04 ^{Ba}	117,39±1,19 ^{Bb}	2,548±0,08 ^{Db}	3,762±0,15 ^{Ca}	3,270±0,10 ^{Ea}	2,137±0,05 ^{Cb}
F3	95,02±3,58 ^{Ea}	75,99±2,41 ^{Db}	3,808±0,07 ^{Ba}	2,446±0,05 ^{Db}	3,550±0,11 ^{Ca}	3,310±0,12 ^{Eb}
F4	115,67±2,79 ^{Ca}	85,02±2,46 ^{Cb}	4,727±0,11 ^{Ab}	5,442±0,23 ^{Aa}	3,830±0,16 ^{Ba}	2,771±0,11 ^{Cb}
F5	75,39±3,02 ^{Fa}	65,48±2,67 ^{Fb}	3,214±0,13 ^{Cb}	4,501±0,13 ^{Ba}	3,381±0,12 ^{Da}	3,355±0,09 ^{Da}
F6	135,68±4,30 ^{Aa}	126,38±2,04 ^{Ab}	1,151±0,05 ^{Eb}	3,578±0,12 ^{Ca}	4,462±0,15 ^{Aa}	4,405±0,12 ^{Aa}

* Médias acompanhadas de letras maiúsculas na mesma coluna, para cada teste de textura específico não apresentam diferença significativa entre si, para as formulações conforme teste de Tukey (p<0,05).

Médias acompanhadas de letras minúsculas na mesma linha, para cada teste de textura específico não apresentam diferença significativa entre si, para as temperaturas de secagem conforme teste de Tukey (p<0,05).

As amostras secas em LT, além de apresentarem menor fraturabilidade, ainda possuem maior resistência em relação à força de quebra, quando comparadas com as massas secas em VHT. Para Mariotti et al. (2011) a resistência mecânica das massas alimentícias é influenciada principalmente pela compactação da estrutura, tamanho das partículas de composição da massa, tipo de moldagem e também da secagem. Estas diferenças têm provável correlação com a disposição da estrutura da massa e com a presença maior de fissuras na microestrutura dos produtos secos em VHT, como pode ser visto na figura 32 G e 32 H, onde internamente há maior presença de formação das fissuras para a massa em VHT. Nos anexos B2. C, B3. D, B4. C e B5. D percebe-se a formação de fissuras não somente na região interna da massa, mas também na superfície, quando secas em VHT.

As formulações experimentais tanto para LT quanto para VHT apresentaram valores de firmeza acima do estipulado como ideal para as massas alimentícias tradicionais, demonstrando assim que as massas experimentais são mais firmes, independentemente da temperatura de secagem. De acordo com D'amico et al. (2015) os macarrões tradicionais de trigo apresentam firmeza em torno de 2 N, considerado o valor ideal para uma massa de qualidade e aceitação pelo consumidor.

Os menores valores de firmeza influenciados pela temperatura de 90°C de secagem foram para as formulações F2, F3 e F4. Segundo Gallegos-Infantes et al. (2010) as modificações da firmeza se dão pela possibilidade de que massas secas em temperaturas entre 70 e 90°C serem capazes de sofrer modificações estruturais ou não, através da desnaturação proteica. A desnaturação das proteínas pode induzir a formação de uma matriz proteína-carboidrato-lipídio, e inibir a solubilização dos grânulos de amido. Esta observação pode estar relacionada com os resultados encontrados nas formulações experimentais, as maiores substituições por FMA e FMB, principalmente em F3, podem contribuir para os aumentos de componentes como fibras, proteínas e lipídios, na composição das massas aleatoriamente, dessa forma a complexação proteína-carboidrato-lipídio poderia se mais facilitada nestas três amostras. Sendo assim, para Petitot et al. (2009), o comportamento das massas está relacionado com os diferentes padrões estruturais das formulações, e com a modificação na estrutura da rede de glúten danificada pelo excesso de temperatura no processo de secagem.

A temperatura de 90°C de secagem influenciou significativamente as propriedades de pasta das massas alimentícias (Tabela 30).

Tabela 30. Comportamento das propriedades de pasta de massas alimentícias secas em temperaturas de 30°C e 90°C, compostas da mistura de SEM, FMA e FMB.

Propriedades de Pasta								
Tratamento	Viscosidade no Pico (cP)		Viscosidade Final (cP)		Tempo de Pico (min)		Temperatura de Empaste (°C)	
	30°C	90°C	30°C	90°C	30°C	90°C	30°C	90°C
F1	2031,33±5,07 ^{Aa*}	794±4,73 ^{Bb}	2751,67±4,24 ^{Aa}	2432,67±5,00 ^{Ab}	9,07±0,00 ^{Ab}	12,33±1,04 ^{Ba}	88,58±0,24 ^{ABa}	88,17±0,23 ^{ABa}
F2	1640,00±1,70 ^{Ba}	1227,67±6,55 ^{Ab}	2150,33±5,21 ^{Ba}	1707,33±0,96 ^{Bb}	9,27±0,00 ^{Aa}	8,73±0,00 ^{Aa}	89,57±0,03 ^{Aa}	88,35±0,00 ^{Aa}
F3	953,33±4,00 ^{Ea}	488,00±4,07 ^{Cb}	1528,67±1,74 ^{Da}	1024,67±3,05 ^{Db}	8,62±0,04 ^{Aa}	8,47±0,00 ^{Ca}	88,75±0,00 ^{Aa}	88,58±0,25 ^{Aa}
F4	1591,67±2,15 ^{Ba}	770,33±5,75 ^{Bb}	2036,33±6,71 ^{Ba}	1846,67±3,62 ^{Bb}	8,53±0,00 ^{Ab}	13,00±0,00 ^{Aa}	86,48±0,24 ^{Bb}	88,45±0,26 ^{Aa}
F5	1202,00±4,63 ^{Da}	599,67±6,50 ^{Cb}	1773,33±4,53 ^{Ca}	1332,67±4,53 ^{Cb}	8,55±0,04 ^{Ab}	11,38±2,75 ^{Aa}	87,78±0,21 ^{ABa}	88,58±0,93 ^{Aa}
F6	1372,00±4,04 ^{Ca}	500,00±8,54 ^{Cb}	2239,33±4,15 ^{Ba}	1225,33±1,08 ^{CDb}	8,62±0,08 ^{Ab}	12,95±0,04 ^{Ca}	88,18±0,25 ^{ABa}	76,07±2,81 ^{Bb}

* Médias acompanhadas de letras maiúsculas na mesma coluna, para cada fator viscoamilográfico específico não apresentam diferença significativa entre si, para as formulações conforme teste de Tukey (p<0,05).

Médias acompanhadas de letras minúsculas na mesma linha, para cada fator viscoamilográfico específico não apresentam diferença significativa entre si, para as temperaturas de secagem conforme teste de Tukey (p<0,05).

As viscosidades de pico e final apresentaram menores valores em comparação com as obtidas em LT de secagem. Bonomi et al. (2012) sugerem que o amido presente em massas alimentícias secas em LT apresentam maior capacidade de inchamento, aliado a este aspecto ainda pode-se considerar a maior agregação de grânulos de amido com a rede proteica formada durante a secagem em altas temperaturas. O processo de secagem a VHT, através do aumento da retenção dos grânulos de amido pela rede proteica modificada durante a operação, interfere no processo de lixiviação da amilose, pela influência na interação amido-rede de glúten, desta forma reduzindo a viscosidade da massa alimentícia.

Guler et al. (2002) relatam que a redução nas viscosidades de pico e final de massas alimentícias secas a VHT são influenciadas pelo grau de dano gerado nos grânulos de amido durante as etapas de produção e secagem da massa. Essas mudanças podem ocorrer pela ação de enzimas amilolíticas agindo na modificação da estrutura dos grânulos de amido, alterações como estas diminuem o poder de inchamento e hidratação e conseqüentemente a viscosidade de empaste das massas. As figuras 32 I e 32 J exemplificam os danos causados nos grânulos de amido durante os processos de VHT de secagem bem como a compactação da matriz proteica envolta aos grânulos.

Com exceção das formulações F2 e F3, o tempo de pico de empaste foi influenciado significativamente pelo aumento da temperatura de secagem. A diferença entre as duas temperaturas foi um aumento médio de 4 min, em relação às massas secas a 30°C e 90°C, respectivamente. Dentre as amostras de LT não foi evidenciada diferença significativa no tempo de pico de gelatinização, já a VHT de secagem, as amostras que apresentaram menor tempo foram F2 e F3, não diferindo significativamente das condições LT de secagem.

Nas massas alimentícias submetidas à VHT, através da observação das microestruturas, pode-se relacionar o aumento no tempo de pico de empaste com o aprisionamento eficiente dos grânulos de amido na matriz proteica, assim como na determinação do TOC. Além disso, a cobertura formada pela rede proteica oriunda do filme formado pela composição de ovos inibe o inchamento e hidratação dos grânulos de amido e influencia diretamente no retardo do processo de gelatinização e solubilização no sistema aquoso.

Para Marti et al. (2013) a elevação da viscosidade no pico de empaste também pode ser influenciado pela formação do *case hardening* pelas altas temperaturas de secagem, exigindo uma nova conformação estrutural que dificulta a hidratação da

massa, causada pela compactação, o que interfere no aumento do tempo de pico de empaste.

As temperaturas de secagem não promoveram diferença significativa quanto à temperatura de empaste (Tabela 30), com exceção de F4 que apresentou variação menor temperatura de empaste em LT, e F6 que apresentou menor temperatura de empaste em VHT. As alterações inerentes a estas duas formulações podem ser explicadas com a observação de Bruneel et al. (2010) que relata que as alterações sofridas sistematicamente na organização dos grânulos de amido, durante o processamento da massa, é rearranjada no decorrer do processo de secagem, influenciando posteriormente tanto na temperatura quanto no tempo de pico de empaste.

A tabela 31 apresenta o comportamento térmico das formulações experimentais. As temperaturas de início de pico de gelatinização (T_{ponset}) não apresentaram diferença significativa para influência da temperatura de secagem, como exceção da formulação F1. Os valores encontrados para esta temperatura estão em concordância com os encontrados por Sozer et al. (2007), em estudo de massas com adição de amido resistente, que variaram de 58 a 64°C para o autor. A variação encontrada neste experimento está entre 56 e 58°C, aproximadamente.

Nas massas secas em VHT foram observadas, entre as formulações, variações para a elevação da temperatura de gelatinização (T_{Gonset}). Em F3, F4 e F6, estes valores não apresentaram diferença significativa. Esta influência pode indicar que a estrutura de grânulos de amido apresenta maior mobilidade, pois, segundo Petitot et al. (2010) esta mobilidade é devida à reorganização conformacional estabelecida no processo de secagem, resultando em estabilidade cristalina e maior homogeneidade.

Entre as temperaturas de secagem, houveram diferenças significativas na temperatura de gelatinização (T_{Gonset}) nas formulações F3, F4 e F6. Este fenômeno ocorrido em F3, F4 e F6 pode-se explicar, conforme consideração de Bruneel et al. (2010), que afirmam que em massas secas em temperaturas severas (VHT) há a possibilidade da indução na perda da cristalinidade do amido no início do processo de secagem, o que modifica o arranjo estrutural dos grânulos, posteriormente esta fase o amido passa por um rearranjo conformacional, esta modificação estrutural pode gerar aumentos nos valores de temperatura de gelatinização, como observado nas amostras analisadas neste estudo.

Tabela 31. Perfil das propriedades térmicas de massas alimentícias secas em temperaturas de 30°C e 90°C, compostas da mistura de SEM, FMA e FMB.

Propriedades Térmicas								
Tratamento	T _{ponset} (°C)		Entalpia (J g ⁻¹)		T _{Gonset} (°C)		T _{Gend} (°C)	
	30°C	90°C	30°C	90°C	30°C	90°C	30°C	90°C
F1	58,28±0,64 ^{Aa*}	56,17±0,27 ^{Bb}	4,23±0,28 ^{BCa}	4,03±1,58 ^{Aa}	58,61±0,00 ^{Ba}	58,94±0,13 ^{Ca}	61,41±0,04 ^{ABCa}	61,27±0,08 ^{Ba}
F2	58,10±0,07 ^{Aa}	57,90±0,01 ^{Aa}	5,04±0,63 ^{ABa}	4,07±0,03 ^{Aa}	58,53±0,02 ^{Ba}	58,62±0,03 ^{Ba}	62,14±0,05 ^{ABa}	59,01±0,41 ^{Cb}
F3	58,56±0,04 ^{Aa}	58,64±0,06 ^{Aa}	3,18±0,04 ^{Ca}	3,05±0,05 ^{Ba}	59,51±0,03 ^{Ab}	60,46±0,37 ^{Aa}	62,75±1,07 ^{Ab}	65,45±0,42 ^{Aa}
F4	58,55±0,18 ^{Aa}	58,82±0,43 ^{Aa}	6,13±0,23 ^{Aa}	5,23±0,60 ^{Aa}	58,98±0,28 ^{ABb}	60,00±0,05 ^{Aa}	60,14±0,66 ^{CDb}	64,43±0,28 ^{Aa}
F5	58,39±0,04 ^{Aa}	58,12±0,11 ^{Aa}	5,94±0,27 ^{Aa}	5,15±0,47 ^{Aa}	58,72±0,04 ^{Ba}	58,47±0,08 ^{BCa}	60,34±0,88 ^{BCDa}	58,94±0,36 ^{Cb}
F6	58,40±0,12 ^{Aa}	58,15±0,97 ^{Aa}	5,51±0,61 ^{Ba}	5,13±0,27 ^{Aa}	58,66±0,31 ^{Bb}	60,03±0,21 ^{Aa}	59,18±0,71 ^{Db}	64,67±0,57 ^{Aa}

* Médias acompanhadas de letras maiúsculas na mesma coluna, para cada fator térmico específico não apresentam diferença significativa entre si, para as formulações conforme teste de Tukey (p<0,05).

Médias acompanhadas de letras minúsculas na mesma linha, para cada fator térmico específico não apresentam diferença significativa entre si, para as temperaturas de secagem conforme teste de Tukey (p<0,05).

A entalpia de gelatinização para as formulações experimentais não sofreram influência da temperatura de secagem. Os menores valores para entalpia de gelatinização foram encontrados para as formulações F1, F2 e F3. A redução na entalpia de gelatinização, conforme Petitot et al. (2009), pode ser explicada pela maior quantidade de grânulos de amido parcialmente gelatinizados, quando comparados aos encontrados em baixas temperaturas de secagem. A presença destes grânulos parcialmente gelatinizados requer menos energia para modificação do estado vítreo para amorfo dos grânulos. As formulações F1, F2 e F3 apresentam as maiores substituições de FMA, farinha de milho fibrosa, e a presença de maiores quantidades de fibras nas massas alimentícias torna a tendência desse se gelatinizar mais rapidamente, quando comparadas às massas com perfil característico de maiores concentrações de proteínas, como no caso de F4, F5 e F6, devido a este fato conforme encontrado por Sozer et al. (2007), em espaguete enriquecido com amido resistente, a entalpia de gelatinização apresenta menor valor, conforme pode ser observado nas amostras secas.

5.4.4. Conclusão

A temperatura de secagem influencia diretamente em todas as propriedades das massas alimentícias, entretanto o comportamento resposta dos produtos em relação a esta influência é extremamente dependente da composição e estrutura geral das formulações.

Foi observado que o aumento no tempo ótimo de cozimento, a perda de sólidos e ganho de massa, tanto para baixas, quanto para altíssimas temperaturas de secagem está diretamente relacionado com a microestrutura formada entre a matriz proteica e os grânulos de amido.

As propriedades viscoamilográficas foram modificadas com a temperatura mais severa de secagem, assim como as propriedades tecnológicas.

Termicamente a elevação da temperatura de secagem não interferiu na energia gasta para conclusão do processo de gelatinização dos grânulos de amido, porém a composição específica das massas alterou este processo. Dentre as formulações estudadas, as temperaturas de secagem influenciaram significativamente a temperatura de gelatinização.

Os tratamentos de secagem tiveram participação direta nas modificações das propriedades tecnológicas, térmicas, estruturais e viscoamilográficas das massas alimentícias, das formulações experimentais.

5.4.5. Referências Bibliográficas

AACC. American Association of Cereal Chemists. **Approved methods of the AACC**, St. Paul, 2000.

ADACHI, S.; OGAWA, T.; KOBAYASHI, T. Prediction of pasta process based on a thermogravimetric analysis. **Journal of Food Engineering**, Maryland Heigh, v. 111, n. 1, p. 129-134, 2012.

ALZAMORA, S. M.; TAPIA, M. S.; LÓPEZ-MALO, A.; WELTI-CHANES, J. The control of water activity. In: ZEUTHEN, P.; BOGH-SORENSEN, L. **Food Preservation Techniques**, Cambridge: Woodhead Publishing, 2003, p. 126-153.

ANESE, M.; NICOLI, M. C.; MASSINI, R.; LERICI, C. R. Effects of drying processing on the Maillard reaction in pasta. **Food Research International**, Campinas, v. 32, n. 1, p. 193-199, 1999.

ARAVIND, N.; SISSONS, M.; EGAN, N.; FELLOWS, C. Effect of insoluble dietary fibre addition on technological, sensory, and structural properties of durum wheat spaghetti. **Food Chemistry**, Davis, v. 130, n. 1, p. 299-309, 2012.

AZEREDO, H. M. C. **Fundamentos de Estabilidade de Alimentos**, Brasília: Embrapa, 2 ed., 2012, 326 p.

BARROS, B. N.; SCARMINIO, B.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos: Pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. Porto Alegre: Editora Bookman, 4 ed., p. 289-290, 2010.

BONOMI, F.; D'EGIDIO, M. G.; IAMETTI, S.; MARENGO, M.; MARTI, A.; PAGANI, M. A. Structure-quality relationship in comercial pasta: A molecular glimpse. **Food Chemistry**, Davis, v. 135, n. 1, p. 348-355, 2012.

BRUNEEL, C.; PAREYT, B.; BRIJS, K.; DELCOUR, J. A. The impact of the protein network on the pasting and cooking properties of dry pasta products. **Food Chemistry**, Davis, v. 120, n. 1, p. 371-378, 2010.

COULTATE, T. P. (Ed). **Lipídeos**. In: Alimentos: A química de Seus Componentes, 3 ed., Porto Alegre: Artmed, 2004, p. 77-86.

D'AMICO, S.; MÄSCHLE, J.; JEKLE, M.; TÖMÖSKÖZI, S.; LANGÓ, B.; SCHOENLECHNER, R. Effect of temperature drying on gluten-free pasta properties. **LWT – Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 63, n. 1, p. 391-399, 2015.

DEXTER, J. E.; MATSUO, R. R.; MORGAN, B. C. High temperature drying: Effect on spaghetti properties. **Journal of food Science**, Malden, v. 46, n. 1, p. 1741-1746, 1981.

FIORDA, F. A.; SOARES, M. S. J.; SILVA, F. A.; GROSMANN, M. V. E.; SOUTO, L. R. F. Microestrutura, texture and colour of gluten-free pasta made with amaranth flour, cassava starch and cassava bagasse. **LWT – Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 54, n. 1, p. 132-138, 2013.

FLORES-SILVA, P. C.; BERRIOS, J. J.; PAN, J.; AGAMA-ACEVEDO, E.; MONSALVE-GONZÁLEZ, A.; BELLO-PÉREZ, L. A. Gluten-free spaghetti with unripe plantain, chickpea and maize: physicochemical, texture and sensory properties. **CyTA-Journal of Food**, Tamaulipas, v. 13, n. 2, p. 159-166, 2015.

GALLEGO-INFANTES, J. A.; ROCHA-GUZMAN, N. E.; GONZALEZ-LAREDO, R. F.; OCHOA-MARTINÉZ, L. A.; CORZO, N.; BELLO-PÉREZ, L. A.; MEDINA-TORRES, L.; PERALTA-ALVAREZ, L. E. Quality of spaghetti containing Mexican common bean flour (*Phaseolus vulgaris* L.). **Food Chemistry**, Davis, v. 199, n. 1, p. 1544-1549, 2010.

GERALDI, C.A.Q.; PEREIRA, N.C.; FRARE, L.M.; KLASSEN, T. Análise econômico-financeira de um novo processo de produção de derivados de milho. **Engevista**, Rio de Janeiro, v. 14, n. 2, p. 185-195, 2012.

GÜLER, S.; KÖKSEL, H.; NG, P. K. W. Effects of industrial pasta drying temperatures on starch properties and pasta quality. **Food Research International**, Campinas, v. 35, n. 1, p. 421-427, 2002.

HENEEN, W. K.; BRISMAR, K. Structure of cooked spaghetti of durum and bread wheats. **Starch**, Glasgow, v. 55, n. 12, p. 546-557, 2003.

HUMMEL, C. **Macaroni Products: Manufacture Processing and Packing**, Londres, Food Trade, 1966, 287 p.

HUNTERLAB. **Hunterlab Instruments Standards**, v. 10, n. 2, 1998. Disponível em: <file:///C:/Users/Renata/Downloads/an02_98.pdf>. Acesso em: 09 abr. 2016.

JAMBREC, D.; PESTORIC, M.; NEDELJKOVIC, N.; PSODOROV, D.; PLAVSIC, D.; MISAN, A.; MILOVANOVIC, I. Physicochemical properties of tagliatelle enriched with buckwheat flour. In: 7th International Congress FLOUR-BREAD' 13, 2013.

KOBLITZ, M. G. B. (Ed). **Oxidoreductases**. In: Bioquímica de Alimentos: Teoria e Aplicações Práticas, Rio de Janeiro: Guanabara, 2013, p. 140-142.

KUNERTH, W. H.; YOUNGS, V. L. Effect of variety and growing year on the constituents of durum bran fiber. **Cereal Chemistry**, St. Paul, v. 61, n.1, p. 350-352, 1984.

MALUMBA, P.; JACQUET, N.; DELIMME, G.; LEFEBVRE, F.; BÉRA, F. The swelling behaviour of wheat starch granules during isothermal and non-isothermal treatments. **Journal of Food Engineering**, Maryland Heigh, v. 114, n. 1, p. 199-206, 2013.

MARIOTTI, M.; IAMETTI, S.; CAPPÀ, C.; RASMUSSEN, P.; LUCISANO, M. Characterisation of gluten-free pasta through conventional and innovative methods: Evaluation of the uncooked products. **Journal of Cereal Science**, Londres, v. 53, n. 1, p. 319-327, 2011.

MARTI, A.; FONGARO, L.; ROSSI, M.; LUCISANO, M.; PAGANI, M. A. Quality characteristics of dried pasta enriched with buckwheat flour. **International Journal of Food Science and Technology**, Malden, v. 46, p. 2393-2400, 2011.

MARTI, A.; SEETHARAMAN, K.; PAGANI, M. A. Rheological approaches suitable for investigating starch and protein properties related to cooking quality of durum wheat pasta. **Journal of Food Quality**, Ames, v. 36, v. 1, p. 133-138, 2013.

MERCIER, S.; VILLENEUVE, S.; MONDOR, M.; MARCHAIS, L. P. Evolution of porosity, shrinkage and density of pasta fortified with pea protein concentrate during drying. **LWT – Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 44, n. 1, p. 883-890, 2011.

OGAWA, T.; ADACHI, S. Effects of drying conditions on moisture distribution in rehydrated spaghetti. **Bioscience, Biotechnology and Biochemistry**, Nagoya, v. 78, n. 8, p. 1412-1414, 2014.

OLIVER, J. R.; BLAKENEY, A. B.; ALLEN, H. M. The colour of flour streams as related to ash and pigment contents. **Journal of Cereal Science**, Londres, v. 17, n. 1, p. 169-182, 1993.

PETITOT, M.; ABECASSIS, J.; MICARD, V. Structuring of pasta components during processing: impact on starch and protein digestibility and allergenicity. **Trends in Food Science and Technology**, Colney, v. 20, n. 1, p. 521-532, 2009.

PETITOT, M.; BOYER, L.; MINIER, C.; MICARD, V. Fortification of pasta with split pea and faba bean flours: Pasta processing and quality evaluation. **Food Research International**, Campinas, v. 43, n. 1, p. 634-641, 2010.

PIWŃSKA, M.; WYRWISZ, J.; KUREK, M.; WIERZBICKA, A. Hydration and physical properties of vacuum-dried durum wheat semolina pasta with high-fiber oat powder. **LWT – Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 63, n. 1, p. 647-653, 2015.

RAHMAN, M. S.; SENADEERA, W.; AL-ALAWI, A.; TRUONG, T.; BHANDARI, B.; AL-SAIDI, G. Thermal transition properties of spaghetti measured by differential scanning calorimetry (DSC) and thermal mechanical compression test (TMCT). **Food and Bioprocess Technology**, Dublin, v. 4, n. 1, p. 1422-1431, 2011.

ROBERTSON, G. L. Food quality and indices of failure. In: ROBERTSON, G. L. **Food Packaging and Shelf Life: a Practical Guide**, Boca Raton: CRC, 2009, p. 17-30.

SADEGHI, M. A.; BHAGYA, S. Quality characterization of pasta enriched with mustard protein isolate. **Journal of Food Science**, Malden, v. 73, n. 5, p. 229-237, 2008.

SEREEWAT, P.; SUTHIPINITTHAM, C.; SUMATHALUK, S.; PUTTANLEK, C.; UTTAPAP, D.; RUNGSARDTHONG, V. Cooking properties and sensory acceptability of spaghetti made from rice flour and defatted soy flour. **LWT – Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 60, n. 1, p. 1061-1067, 2015.

SHOBHA, D.; VIJAYALAKSHMI, D.; PUTTARAMNAIK; ASHA, K. J. Effect of maize based composite flour noodles on functional, sensory, nutritional and storage

quality. **Journal of Food Science and Technology**, Malden, v. 52, n. 12, p. 8032-8040, 2015.

SONG, X.; ZHU, W.; PEI, Y.; AI, Z.; CHEN, J. Effects of wheat bran with different colors on the qualities of dry noodles. **Journal of Cereal Science**, Londres, v. 58, n. 1, p. 400-407, 2013.

SOZER, N.; DALGIÇ, A. C.; KAYA, A. Thermal, textural and cooking properties of spaghetti enriched with resistant starch. **Journal of Food Engineering**, Maryland Heigh, v. 81, n. 1, p. 476-484, 2007.

STUKNYTÉ, M.; CATTANEO, S.; PAGANI, M. A.; MARTI, A.; MICARD, V.; HOGENBOOM, J.; NONI, I. Spaghetti from durum wheat: Effect of drying conditions on heat damage, ultrastructure and in vitro digestibility. **Food Chemistry**, Davis, v. 149, n. 1, p. 40-46, 2014.

VITTADINI, E.; CARINI, E.; CURTI, E.; ANTONIAZZI, F. Effects of different shaping modes on physic-chemical properties and water status of fresh pasta. **Journal of Food Engineering**, Maryland Heigh, v. 93, n. 1, p. 400-406, 2009.

WÓJTOWICZ, A.; MOŚCICKI, L. Influence of legume type and addition level on quality characteristics, texture and microestructure of enriched precooked pasta. **LWT – Food Science and Technology**, Amsterdam, v. 59, n. 1, p. 1175-1185, 2014.

ZWEIFEL, C.; HANDSCHIN, S.; ESCHER, F.; CONDE-PETIT, B. Influence of high-temperature drying on structural and textural properties of durum wheat pasta. **Cereal Chemistry**, St. Paul, v. 80, n. 1, p. 159-167, 2003.

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O estudo microbiológico dos coprodutos da industrialização do amido de milho via úmida demonstrou que as amostras apresentaram condições higiênico-sanitárias satisfatórias para transformação dos mesmos em matérias primas alimentícias para reaproveitamento no desenvolvimento de novos produtos.

Através da elaboração de farinhas de milho fibrosa e farinha de milho proteico gordurosa foi possível concluir que estas apresentaram valor nutricional e funcional, e perfil microbiológico satisfatório, podendo ser usadas em composições alimentícias processadas a partir de outras farinhas convencionais.

As farinhas obtidas apresentaram diferenças significativas entre si nos fatores centesimais, físico-químicos e nas propriedades de pasta. A farinha de milho fibrosa apresentou maiores teores de fibras e amido em sua composição, enquanto que a amostra proteico/gordurosa por seu caráter de processamento apresentou maiores concentrações de proteínas e lipídios quando comparados à farinha de milho fibrosa.

Ambas as farinhas apresentaram maior absorção de água em temperaturas de 95°C, estando relacionado este comportamento ao processo de gelatinização das farinhas, que seguem suas propriedades térmicas apresentam seu pico em temperaturas em torno de 70°C. As propriedades de pasta das farinhas apresentaram comportamento de gelatinização de maior viscosidade entre os aspectos analisados para a farinha fibrosa, sendo este perfil atribuído principalmente ao maior teor de fibras e amido da farinha.

Foi possível a obtenção de massas alimentícias a partir da substituição parcial das farinhas de milho nas formulações experimentais, com propriedades de cozimento, textura, cor e aceitação sensorial, composição centesimal e perfil microbiológico satisfatórios. Permitindo uma nova possibilidade de inserção de componentes de valor nutricional interessantes ao consumidor.

As massas alimentícias apresentaram comportamento diversificado entre os delineamentos das formulações produzidas. Sendo possível a observação da dependência direta das concentrações das farinhas de milho obtidas bem como da semolina de trigo no comportamento tecnológico e centesimal das massas.

A secagem das massas alimentícias apresentou comportamento dependente da temperatura utilizada no processamento da operação, sendo as altas temperaturas de

secagem responsáveis por mudanças nas propriedades de cozimento, cor, propriedades de pasta, propriedades térmicas, estruturais e texturais. Sendo também, a resposta para estas variáveis individual a cada formulação, respostas estas estão dependentes principalmente das peculiaridades de composição e comportamento dos componentes durante as etapas do processo de secagem inerentes ao alimento.

O aproveitamento dos coprodutos industriais do processamento do amido apresentou-se uma fonte viável de redução de danos ambientais, entretanto os mesmos são produtos totalmente inovadores e com poucas referências elucidadas, desta forma a continuidade dos estudos em relação a estes coprodutos se torna de extrema necessidade.

APÊNDICES

APÊNDICE A. Passo a passo para modelagem matemática de isothermas de sorção utilizado para o software estatístico STATISTICA 7.

Criou-se uma matriz (*Spreadsheet*) na página inicial do software Statistica 7.0, onde na primeira coluna foram colocados os dados referentes a atividade de água, e na segunda coluna dispostos os dados referentes a umidade relativa em base seca.

A matriz devidamente identificada foi então trabalhada seguindo o passo a passo abaixo:

- Na barra de ferramentas principal do software foi selecionada a função *Statistics*;
- Dentro desta aba de trabalho foi selecionada a opção *Advanced Linear/Nonlinear models*;
- Nos padrões especificados neste parâmetro foi selecionada a estimativa não linear conforme trabalhada no experimento *Nonlinear Estimation*;
- Na janela posteriormente aberta, ao selecionar a opção anteriormente citada, opta-se pelo perfil *User-specified regression, least squares* e então é clicado o OK;
- Dentro da aba de seleção *Quick*, clica-se em *Function to be estimated & loss function*;
- No campo *Estimated function* foi escrita a equação referente ao modelo analisado para adsorção e dessorção em cada temperatura de análise e individualmente para cada farelo obtido dos coprodutos, obedecendo as regras estabelecidas pelo software para descrição equacional;
- Após este procedimento foi selecionado o campo OK, duas vezes consecutivas;
- Uma nova janela aparece com o conteúdo referente a operação realizada, na aba *Quick* na linha *Estimation method* escolhe-se o padrão *Levenberg-Marquardt*, na aba *Advanced* ainda no mesmo quadro, na linha *Maximum number of interactions* digitar 999, para garantia do máximo número de interações possíveis dentro do modelo com os dados obtidos;
- Clica-se em OK;

- A partir desta etapa obtém-se uma janela denominada *Results Spreadsheet*;
- Dentro da janela então aberta são encontradas duas opções: I. *Summary: Parameter Estimates*, II. *Predicted values, residual, etc*;
- Para continuidade da análise os dados obtidos nestas duas opções foram utilizados da seguinte forma:

I. Os valores gerados em *Summary Parameter Estimates*, me originam o valor do coeficiente de determinação R^2 , que se trata do primeiro requisito para avaliação da adequação do modelo matemático as curvas de sorção experimentais;

II. O botão *Predicted values, residual, etc.*, fornece uma planilha com dados observados no experimento (*Observed*), os valores preditos pelo modelo (*Predicted*), e o resíduo caracterizado pela diferença entre os valores observados experimentalmente e os preditos pelo modelo. Estes valores foram utilizados na determinação de outros critérios de aceitação da adequação dos modelos matemáticos as curvas experimentais.

APÊNDICE B. Ficha de avaliação da análise sensorial com aparência global e intenção de compra.

FICHA DE ANÁLISE SENSORIAL DE MASSA ALIMENTÍCIA

As amostras deverão ser avaliadas através da atribuição de notas de acordo com a percepção do provador, as notas a serem dadas deverão seguir a proposta na escala dada abaixo:

Escala Hedônica

9 – Gostei Extremamente

8 – Gostei Muito

7 - Gostei Ligeiramente

6 - Gostei Pouco

5 – Indiferente

4 – Desgostei Pouco

3 – Desgostei Ligeiramente

2 – Desgostei Muito

1 – Desgostei Extremamente

Amostra 216

() Cor

() Sabor

() Odor

() Textura

() Av. Global

Amostra 318

() Cor

() Sabor

() Odor

() Textura

() Av. Global

Amostra 504

() Cor

() Sabor

() Odor

() Textura

() Av. Global

2. Você compraria este produto?

() Certamente Compraria

() Provavelmente Compraria

() Talvez Comprasse/Talvez Não Comprasse

() Possivelmente Não Compraria

() Certamente Não Compraria

Obs. _____

APÊNDICE C. Termo de Consentimento e Livre Esclarecido.**TCLE - TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO**

Você está sendo convidado a participar como voluntário da pesquisa intitulada **“ESTUDO FÍSICO – QUÍMICO, MICROBIOLÓGICO E TECNOLÓGICO DE RESÍDUOS DA INDUSTRIALIZAÇÃO DE MILHO E APROVEITAMENTO ALIMENTAR A PARTIR DA ELABORAÇÃO DE MASSAS ALIMENTÍCIAS.”** sob minha responsabilidade e do orientador Prof. Dr. Márcio Caliari, cujo(s) objetivo(s) é (são) elaborar massas alimentícias a partir de coprodutos da industrialização do amido de milho ceroso, visando o aproveitamento destes coprodutos, bem como a possibilidade de diversificação e de ampliação de novos produtos no mercado de massas alimentícias. Para avaliação das características sensoriais das massas alimentícias serão realizados os testes de aceitação e intenção de compra.

Os riscos que podem estar associados a estas análises são o de alergia a qualquer dos seus ingredientes: Semolina de Trigo, Ovo, Farelo de Milho, Farinha de Milho. Contém Glúten. Caso ocorra alguma reação adversa após o consumo do produto, o pesquisador responsável assumirá todos os danos provocados à saúde do indivíduo e tomará as providências necessárias, inclusive encaminhamento para atendimento médico e este será feito através do acionamento da equipe de primeiros socorros especializada, o SAMU pelo telefone 192. Orienta-se que após a participação o indivíduo permaneça no local de aplicação da análise pelo período de 30 minutos decorridos a partir da ingestão do produto e não realize atividades como dirigir, para que em caso de reações adversas possa ser seguido o procedimento de socorro descrito acima. O (a) senhor(a) tem o direito de pleitear indenização em caso de danos decorrentes de sua participação na pesquisa.

Ao participar desta pesquisa o (a) senhor (a) colaborará para melhor conhecimento dos atributos sensoriais deste produto e para maior aproveitamento de coprodutos industriais do processamento de amido de milho ceroso na forma de coprodutos. O (a) senhor (a) não terá nenhuma despesa ao participar desta pesquisa bem como nada será pago por sua participação.

É garantido o sigilo das informações prestadas, assegurando sua privacidade quanto aos dados confidenciais na pesquisa. O resultado da avaliação dos provadores será de uso exclusivo nesta pesquisa e de acesso restrito aos pesquisadores.

No curso da pesquisa o senhor(a) tem os seguintes direitos:

a) Garantia de esclarecimento e resposta a qualquer pergunta;

b) Liberdade de abandonar a pesquisa a qualquer momento;

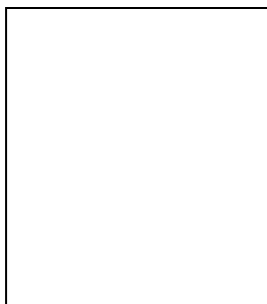
c) Garantia de que caso haja algum dano a sua pessoa, os prejuízos serão assumidos pelos pesquisadores ou pela instituição responsável, inclusive acompanhamento médico e hospitalar (se for o caso).

Caso hajam gastos adicionais, os mesmos serão absorvidos pelos pesquisadores. Nos casos de dúvidas contate o pesquisador afim de resolver o problema, podendo as ligações serem feitas à cobrar (Pesquisadora: Renata Cristina Duarte Marques, Rua 240, Qd. 94, Lt. 05, Edifício República Universitária, Apto. 102, Setor Leste Universitário, Goiânia, GO. Telefone (064-92055988), ou caso se torne necessário poderá ser contatado o Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Federal de Goiás, pelo telefone (062-35211215).

CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

Eu _____,
CPF/Matrícula nº _____, após ter recebido todos os esclarecimentos e assinado o TCLE, confirmo recebimento de todos os esclarecimentos necessários, e concordo em participar desta pesquisa. Desta forma, assino este termo, juntamente com o pesquisador, em duas vias de igual teor, ficando uma via sob meu poder e outra em poder do pesquisador.

Goiânia, _____ de _____ de 2016.



Impressão Digital do Participante

Assinatura do Participante

Renata C. Duarte Marques

Assinatura do pesquisador

ANPÊNDICE D. Tabela de distribuição de *scores* para os fatores estatísticos erro médio relativo em porcentagem (*P*), qui-quadrado reduzido (χ^2), raiz do quadrado médio do erro (RQME) e de coeficiente de determinação (R^2), para determinação dos modelos matemáticos preditos para farinha de milho fibrosa (FMA) e farinha de milho proteico/gordurosa (FMB).

Tabela D.1. Valores obtidos para o fator estatístico erro médio relativo em porcentagem (*P*) nas três temperaturas de análise de isotermas de adsorção em farinha fibrosa (FMA).

Fator Estatístico	Modelos	20°C	Score	30°C	Score	40°C	Score	Soma de Scores
P	Oswin	0,5370	0,3310	1,8323	0,3169	3,7427	0,7356	1,3835
	BET	1,8306	0,3166	8,9372	1,8751	10,8341	2,2966	4,4883
	GAB	0,4185	0,0071	1,4565	0,2346	2,2676	0,4123	0,6540
	Peleg	0,4078	0,0048	0,6090	0,0489	1,6692	0,2812	0,3349
	Chirife	0,3859	0,0000	0,6090	0,0489	1,2100	0,1806	0,2295
	Halsey	5,5308	1,1361	5,2025	1,0649	4,9303	0,9958	3,1968
	Langmuir	1,6843	0,2845	5,7304	1,1794	5,3559	1,0981	2,5620
	Chen	27,7677	6,0000	2,1912	0,3956	3,1931	0,6151	7,0107
	Smith	0,5426	0,0343	6,2297	1,2877	3,2077	0,6183	1,9403

As faixas simbolizam a classe em que cada valor foi interpolado, de acordo com a distribuição de frequência mostrada abaixo com auxílio da regra de Sturges.

Fator Estatístico (*P*)

Scores	Distribuição de Frequência
Min -- Max	Max -- Min
5,01 -- 6,00	26,2040 -- 27,7677
4,01 -- 5,00	18,6404 -- 26,2039
3,01 -- 4,00	14,0768 -- 18,6403
2,01 -- 3,00	9,5132 -- 14,0767
1,01 -- 2,00	4,9496 -- 9,5131
0,00 -- 1,00	0,3859 -- 4,9495

Tabela D.2. Valores obtidos para o fator estatístico qui-quadrado reduzido (χ^2) nas três temperaturas de análise de isotermas de adsorção de farinha fibrosa (FMA).

Fator Estatístico	Modelos	20°C	Score	30°C	Score	40°C	Score	Soma de Scores
χ^2	Oswin	0,0010	0,0042	0,0249	0,1164	0,1052	0,4934	0,6140
	BET	0,0088	0,0408	0,5488	2,5801	1,2782	6,000	8,6209
	GAB	0,0010	0,0042	0,0172	0,0803	0,0368	0,1723	0,2568
	Peleg	0,0004	0,0014	0,0022	0,0098	0,0330	0,1544	0,1656
	Chirife	0,0004	0,0014	0,0023	0,0103	0,0262	0,1225	0,1342
	Halsey	0,0012	0,0052	0,0009	0,0037	0,0004	0,0014	0,0103
	Langmuir	0,0075	0,0347	0,2103	0,9868	0,1403	0,6582	1,6797
	Chen	0,0096	0,0446	0,0001	0,0000	0,0001	0,0000	0,0446
	Smith	0,0007	0,0028	0,0340	0,1591	0,0721	0,3380	0,4999

As faixas simbolizam a classe em que cada valor foi interpolado, de acordo com a distribuição de frequência mostrada abaixo com auxílio da regra de Sturges.

Fator Estatístico (χ^2)

Scores	Distribuição de Frequência
Min -- Max	Max -- Min
5,01 -- 6,00	1,0652 -- 1,2782
4,01 -- 5,00	0,8522 -- 1,0651
3,01 -- 4,00	0,6392 -- 0,8521
2,01 -- 3,00	0,4262 -- 0,6391
1,01 -- 2,00	0,2132 -- 0,4261
0,00 -- 1,00	0,0001 -- 0,2131

Tabela D.3.Valores obtidos para o fator estatístico raiz do quadrado médio do erro (RQME) nas três temperaturas de análise de isotermas de adsorção de farinha fibrosa (FMA).

Fator Estatístico	Modelos	20°C	Score	30°C	Score	40°C	Score	Soma de Scores
RQME	Oswin	0,0303	0,1212	0,155	0,7989	0,3191	1,6937	2,6138
	BET	0,0919	0,456	0,7272	3,9096	1,1122	6,0000	10,3656
	GAB	0,0304	0,1217	0,1275	0,6495	0,1870	0,9728	1,7440
	Peleg	0,0199	0,0647	0,0452	0,2022	0,1757	0,9114	1,1783
	Chirife	0,0203	0,0668	0,0464	0,2087	0,1579	0,8147	1,0902
	Halsey	0,0335	0,1386	0,0203	0,0668	0,0202	0,0663	0,2717
	Langmuir	0,0847	0,4168	0,4501	2,4084	0,3677	1,9553	4,7805
	Chen	0,0953	0,4745	0,0080	0,0000	0,0099	0,1033	0,5778
	Smith	0,0253	0,094	0,6619	3,558	0,2642	1,3981	5,0501

As faixas simbolizam a classe em que cada valor foi interpolado, de acordo com a distribuição de frequência mostrada abaixo com auxílio da regra de Sturges.

Fator Estatístico (RQME)

Scores	Distribuição de Frequência
Min -- Max	Max -- Min
5,01 -- 6,00	0,9281 -- 1,1122
4,01 -- 5,00	0,7441 -- 0,9280
3,01 -- 4,00	0,5601 -- 0,7440
2,01 -- 3,00	0,3761 -- 0,5600
1,01 -- 2,00	0,1921 -- 0,3760
0,00 -- 1,00	0,0080 -- 0,1920

Tabela D.4. Valores obtidos para o fator estatístico coeficiente de correlação (R^2) nas três temperaturas de análise de isotermas de adsorção de farinha fibrosa (FMA).

Fator Estatístico	Modelos	20°C	Score	30°C	Score	40°C	Score	Soma de Scores
R^2	Oswin	0,9535	0,6503	0,9976	0,0309	0,9935	0,0885	0,7697
	BET	0,5733	5,9903	0,9545	0,6362	0,9214	1,1087	7,7352
	GAB	0,9532	0,6545	0,9986	0,0169	0,9978	0,0881	0,7595
	Peleg	0,9799	0,2795	0,9998	0,0000	0,9980	0,0253	0,3048
	Chirife	0,9792	0,2893	0,9998	0,0000	0,9984	0,0197	0,3090
	Halsey	0,9787	0,2963	0,9884	0,1601	0,9886	0,0168	0,4732
	Langmuir	0,6379	5,0908	0,9826	0,2416	0,9843	0,2177	5,5501
	Chen	0,8062	2,7215	0,9982	0,0225	0,9970	0,0393	2,7833
	Smith	0,9676	0,4522	0,9972	0,0365	0,9956	0,0599	0,5486

As faixas simbolizam a classe em que cada valor foi interpolado, de acordo com a distribuição de frequência mostrada abaixo com auxílio da regra de Sturges.

Fator Estatístico (R^2)

Scores	Distribuição de Frequência
Min -- Max	Max -- Min
5,01 -- 6,00	0,6437 -- 0,5726
4,01 -- 5,00	0,7149 -- 0,6438
3,01 -- 4,00	0,7861 -- 0,7150
2,01 -- 3,00	0,8573 -- 0,7862
1,01 -- 2,00	0,9285 -- 0,8574
0,00 -- 1,00	0,9998 -- 0,9286

Tabela D.5. Valores obtidos para o fator estatístico erro médio relativo em porcentagem (*P*) nas três temperaturas de análise de isotermas de adsorção em farinha proteico/gordurosa (FMB).

Fator Estatístico	Modelos	20	Score	30	Score	40	Score	Soma de Scores
P	Oswin	6,3518	0,7235	26,5010	3,4412	4,5772	0,4846	4,6493
	BET	27,6289	3,5915	12,8529	1,6025	14,8900	1,8740	7,0680
	GAB	5,0838	0,5528	8,4897	1,0211	2,8974	0,2585	1,8324
	Peleg	1,2045	0,0306	5,5599	0,6169	1,0664	0,0121	0,6596
	Chirife	2,2290	0,1685	9,3253	1,1325	0,9768	0,0000	1,3010
	Halsey	6,2064	0,7039	12,1039	1,5027	4,2733	0,4437	2,6503
	Langmuir	25,0673	3,2502	45,5530	5,9999	7,4344	0,8692	10,119
	Chen	5,6996	0,6357	19,8257	2,5417	20,5548	2,6388	5,8162
	Smith	3,7842	0,3779	2,5447	0,2110	1,8864	0,1224	0,7113

As faixas simbolizam a classe em que cada valor foi interpolado, de acordo com a distribuição de frequência mostrada abaixo com auxílio da regra de Sturges.

Fator Estatístico (*P*)

Scores	Distribuição de Frequência
Min -- Max	Min -- Max
5,01 -- 6,00	38,1239 -- 45,5532
4,01 -- 5,00	30,6945 -- 38,1238
3,01 -- 4,00	23,2651 -- 30,6944
2,01 -- 3,00	15,8357 -- 23,2650
1,01 -- 2,00	8,4063 -- 15,8356
0,00 -- 1,00	0,9768 -- 8,4062

Tabela D.6. Valores obtidos para o fator estatístico qui-quadrado reduzido (χ^2) nas três temperaturas de análise de isotermas de adsorção de farinha proteico/gordurosa (FMB).

Fator Estatístico	Modelos	20°C	Score	30°C	Score	40°C	Score	Soma de Scores
χ^2	Oswin	0,0870	0,3523	0,1069	0,4330	0,0408	0,1648	0,9501
	BET	1,3877	5,6346	1,4786	6,0000	0,7316	2,9686	14,6032
	GAB	0,0182	0,0731	0,0061	0,0239	0,0094	0,0373	0,1343
	Peleg	0,0030	0,0114	0,0041	0,0158	0,0036	0,0138	0,0410
	Chirife	0,0056	0,0219	0,0079	0,0313	0,0023	0,0085	0,0617
	Halsey	0,0006	0,0016	0,0015	0,0053	0,0002	0,0000	0,0069
	Langmuir	0,8818	3,5820	0,3806	1,5482	0,0725	0,2934	5,4236
	Chen	0,0005	0,0012	0,0041	0,0158	0,0036	0,0138	0,0308
	Smith	0,0164	0,0657	0,0046	0,0179	0,0089	0,0353	0,1189

As faixas simbolizam a classe em que cada valor foi interpolado, de acordo com a distribuição de frequência mostrada abaixo com auxílio da regra de Sturges.

Fator Estatístico (χ^2)

Scores	Distribuição de Frequência
Min -- Max	Min -- Max
5,01 -- 6,00	1,2323 -- 1,4786
4,01 -- 5,00	0,9859 -- 1,2322
3,01 -- 4,00	0,7395 -- 0,9858
2,01 -- 3,00	0,4931 -- 0,7394
1,01 -- 2,00	0,2467 -- 0,4930
0,00 -- 1,00	0,0002 -- 0,2466

Tabela D.7. Valores obtidos para o fator estatístico raiz do quadrado médio do erro (RQME) nas três temperaturas de análise de isotermas de adsorção de farinha proteico/gorduroso (FMB).

Fator Estatístico	Modelos	20°C	Score	30°C	Score	40°C	Score	Soma de Scores
RQME	Oswin	0,2889	1,3977	0,3217	1,5626	0,1990	0,9355	3,8958
	BET	1,1537	5,7838	1,1968	6,0000	0,8427	4,2106	15,9944
	GAB	0,1306	0,5883	0,0759	0,3107	0,0950	0,4076	1,3066
	Peleg	0,0525	0,1919	0,062	0,2401	0,0580	0,2198	0,6518
	Chirife	0,0723	0,2924	0,0866	0,365	0,0473	0,1654	0,8228
	Halsey	0,0245	0,0497	0,0378	0,1173	0,0147	0,0000	0,1670
	Langmuir	0,9197	4,5678	0,605	2,9965	0,2642	1,2735	8,8378
	Chen	0,0211	0,0325	0,0624	0,2421	0,0587	0,2234	0,4980
	Smith	0,1255	0,5624	0,0665	0,2629	0,0932	0,3985	1,2238

As faixas simbolizam a classe em que cada valor foi interpolado, de acordo com a distribuição de frequência mostrada abaixo com auxílio da regra de Sturges.

Fator Estatístico (RQME)

Scores	Distribuição de Frequência
Min -- Max	Min -- Max
5,01 -- 6,00	0,9998 -- 1,1968
4,01 -- 5,00	0,8028 -- 0,9997
3,01 -- 4,00	0,6058 -- 0,8027
2,01 -- 3,00	0,4088 -- 0,6057
1,01 -- 2,00	0,2118 -- 0,4087
0,00 -- 1,00	0,0147 -- 0,2117

Tabela D.8. Valores obtidos para o fator estatístico coeficiente de correlação (R^2) nas três temperaturas de análise de isotermas de adsorção de farinha proteico/gordurosa (FMB).

Fator Estatístico	Modelos	20°C	Score	30°C	Score	40°C	Score	Soma de Scores
R^2	Oswin	0,9914	0,2325	0,9844	0,4286	0,9941	0,1569	0,8180
	BET	0,8635	3,8165	0,7845	6,0000	0,8943	2,9527	12,7692
	GAB	0,9983	0,0392	0,9991	0,0168	0,9987	0,0280	0,0840
	Peleg	0,9997	0,0000	0,9994	0,0084	0,9995	0,0056	0,0140
	Chirife	0,9994	0,0084	0,9989	0,0224	0,9997	0,0000	0,0308
	Halsey	0,9898	0,2773	0,9564	1,2186	0,9937	0,1681	1,6640
	Langmuir	0,9133	2,4244	0,8804	3,3465	0,9779	0,6106	6,3815
	Chen	0,9924	0,2045	0,8810	3,3298	0,8996	2,8053	6,3396
	Smith	0,9984	0,0364	0,9993	0,0112	0,9987	0,0280	0,0756

As faixas simbolizam a classe em que cada valor foi interpolado, de acordo com a distribuição de frequência mostrada abaixo com auxílio da regra de Sturges.

Fator Estatístico (R^2)

Scores	Distribuição de Frequência
Min -- Max	Max -- Min
5,01 -- 6,00	0,8211 -- 0,7845
4,01 -- 5,00	0,8568 -- 0,8212
3,01 -- 4,00	0,8925 -- 0,8569
2,01 -- 3,00	0,9282 -- 0,8926
1,01 -- 2,00	0,9639 -- 0,9283
0,00 -- 1,00	0,9997 -- 0,9640

Tabela D.9. Valores obtidos para o fator estatístico erro médio relativo em porcentagem (*P*) nas três temperaturas de análise de isotermas de dessorção em farinha fibrosa (FMA).

Fator Estatístico	Modelos	20°C	Score	30°C	Score	40°C	Score	Soma de Scores
P	Oswin	0,1849	0,01652	3,0333	1,4063	3,4247	1,5946	3,0174
	BET	1,3773	0,5958	6,0001	2,8433	11,2150	5,3816	8,8207
	GAB	0,1777	0,0130	0,8205	0,3253	0,4318	0,1635	0,5018
	Peleg	0,1927	0,0203	0,3680	0,1055	0,4146	0,1281	0,2539
	Chirife	0,1509	0,0000	0,5344	0,1863	1,4238	0,6184	0,8047
	Halsey	8,2597	3,9401	10,6475	5,1086	7,5519	3,5997	12,648
	Langmuir	0,9890	0,4072	4,3521	2,0506	6,2094	2,9440	5,4018
	Chen	12,500	5,9999	11,7526	5,6402	0,3952	0,1187	11,758
	Smith	0,7351	0,2838	6,2297	2,9538	6,1951	2,9371	6,1747

As faixas simbolizam a classe em que cada valor foi interpolado, de acordo com a distribuição de frequência mostrada abaixo com auxílio da regra de Sturges.

Fator Estatístico (*P*)

Scores	Distribuição de Frequência
Min -- Max	Min -- Max
5,01 -- 6,00	10,4425 -- 12,5007
4,01 -- 5,00	8,3842 -- 10,4424
3,01 -- 4,00	6,3259 -- 8,3841
2,01 -- 3,00	4,2676 -- 6,3258
1,01 -- 2,00	2,2093 -- 4,2675
0,00 -- 1,00	0,1509 -- 2,2092

Tabela D.10. Valores obtidos para o fator estatístico qui-quadrado reduzido (χ^2) nas três temperaturas de análise de isotermas de dessorção de farinha fibrosa (FMA).

Fator Estatístico	Modelos	20°C	Score	30°C	Score	40°C	Score	Soma de Scores
χ^2	Oswin	0,0001	0,0004	0,1297	0,5788	0,1295	0,5779	1,1571
	BET	0,0044	0,0196	0,4714	2,1121	1,3443	5,9987	8,1304
	GAB	0,0001	0,0004	0,0091	0,0406	0,0091	0,0406	0,0816
	Peleg	0,0001	0,0004	0,0026	0,0116	0,0029	0,0129	0,0249
	Chirife	0,0001	0,0004	0,0039	0,0174	0,0266	0,1187	0,1365
	Halsey	0,0012	0,0053	0,0012	0,0054	0,0010	0,0046	0,0153
	Langmuir	0,0024	0,0107	0,2028	0,905	0,5035	2,2540	3,1697
	Chen	0,0026	0,0116	0,0012	0,0054	0,0000	0,0000	0,0170
	Smith	0,0013	0,0058	0,4553	2,0409	0,3949	1,7644	3,8111

As faixas simbolizam a classe em que cada valor foi interpolado, de acordo com a distribuição de frequência mostrada abaixo com auxílio da regra de Sturges.

Fator Estatístico (χ^2)

Scores	Distribuição de Frequência
Min -- Max	Min -- Max
5,01 -- 6,00	1,1206 -- 1,3446
4,01 -- 5,00	0,8965 -- 1,1205
3,01 -- 4,00	0,6724 -- 0,8964
2,01 -- 3,00	0,4483 -- 0,6723
1,01 -- 2,00	0,2242 -- 0,4482
0,00 -- 1,00	0,0000 -- 0,2241

Tabela D.11.Valores obtidos para o fator estatístico raiz do quadrado médio do erro (RQME) nas três temperaturas de análise de isotermas de dessorção de farinha fibrosa (FMA).

Fator Estatístico	Modelos	20°C	Score	30°C	Score	40°C	Score	Soma de Scores
RQME	Oswin	0,0106	0,038	0,3533	1,8479	0,3539	1,851	3,7369
	BET	0,0655	0,3277	0,6734	3,5400	1,1403	5,9994	9,8671
	GAB	0,0111	0,0406	0,0926	0,4707	0,0932	0,4739	0,9852
	Peleg	0,0105	0,0375	0,0488	0,2396	0,0518	0,2554	0,5325
	Chirife	0,0107	0,0385	0,0608	0,3029	0,1592	0,8222	1,1636
	Halsey	0,0337	0,1598	0,0334	0,1583	0,0314	0,1478	0,4659
	Langmuir	0,0485	0,238	0,4418	2,3199	0,6965	3,6608	6,2187
	Chen	0,0425	0,2063	0,0331	0,1567	0,0034	0,0000	0,3630
	Smith	0,0360	0,1720	0,6619	3,4799	0,6180	3,2504	6,9023

As faixas simbolizam a classe em que cada valor foi interpolado, de acordo com a distribuição de frequência mostrada abaixo com auxílio da regra de Sturges.

Fator Estatístico (RQME)

Scores	Distribuição de Frequência
Min -- Max	Min -- Max
5,01 -- 6,00	0,9510 -- 1,1404
4,01 -- 5,00	0,7615 -- 0,9509
3,01 -- 4,00	0,5720 -- 0,7614
2,01 -- 3,00	0,3825 -- 0,5719
1,01 -- 2,00	0,1930 -- 0,3824
0,00 -- 1,00	0,0034 -- 0,1929

Tabela D.12. Valores obtidos para o fator estatístico coeficiente de correlação (R^2) nas três temperaturas de análise de isotermas de dessorção de farinha fibrosa (FMA).

Fator Estatístico	Modelos	20°C	Score	30°C	Score	40°C	Score	Soma de Scores
R^2	Oswin	0,9921	0,2086	0,9843	0,4171	0,9917	0,2193	0,8450
	BET	0,7756	6,0000	0,9520	1,2860	0,9143	2,2940	9,5800
	GAB	0,9917	0,2193	0,9990	0,0241	0,9998	0,0026	0,2460
	Peleg	0,9936	0,1684	0,9997	0,0053	0,9998	0,0026	0,1763
	Chirife	0,9920	0,2112	0,9995	0,0107	0,9983	0,0428	0,2647
	Halsey	0,9769	0,6150	0,9673	0,8716	0,9783	0,5775	2,0641
	Langmuir	0,8339	4,4426	0,9764	0,6283	0,9656	0,9171	5,9880
	Chen	0,9473	1,4108	0,9678	0,8583	0,9999	0,0000	2,2691
	Smith	0,9320	1,8169	0,9470	1,4187	0,9748	0,6711	3,9067

As faixas simbolizam a classe em que cada valor foi interpolado, de acordo com a distribuição de frequência mostrada abaixo com auxílio da regra de Sturges.

Fator Estatístico (R^2)

Scores	Distribuição de Frequência
Min -- Max	Max -- Min
5,01 -- 6,00	0,8128 -- 0,7756
4,01 -- 5,00	0,8502 -- 0,8129
3,01 -- 4,00	0,8876 -- 0,8503
2,01 -- 3,00	0,9250 -- 0,8877
1,01 -- 2,00	0,9624 -- 0,9251
0,00 -- 1,00	0,9999 -- 0,9625

Tabela D.13. Valores obtidos para o fator estatístico erro médio relativo em porcentagem (P) nas três temperaturas de análise de isotermas de dessorção em farinha proteico/gordurosa (FMB).

Fator Estatístico	Modelos	20°C	Score	30°C	Score	40°C	Score	Soma de Scores
P	Oswin	5,7291	1,4026	12,852	3,3391	5,3059	1,2888	6,0305
	BET	8,8868	2,2621	6,8284	1,6984	10,0585	2,5873	6,5478
	GAB	3,2362	0,7192	2,6729	0,5661	0,5896	0,0000	1,2853
	Peleg	3,0025	0,6557	2,4716	0,5114	0,6487	0,0161	1,1832
	Chirife	5,1763	1,2539	3,5302	0,7991	1,9048	0,3574	2,4104
	Halsey	19,3699	5,1123	6,6476	1,6497	11,1649	2,875	9,6370
	Langmuir	6,5201	1,6154	2,7097	0,5761	5,8992	1,4884	3,6799
	Chen	22,6696	6,0000	8,215	2,0814	16,0461	4,2081	12,2895
	Smith	8,7439	2,2237	14,241	3,7125	8,3854	2,1272	8,0634

As faixas simbolizam a classe em que cada valor foi interpolado, de acordo com a distribuição de frequência mostrada abaixo com auxílio da regra de Sturges.

Fator Estatístico (P)

Scores	Distribuição de Frequência
Min -- Max	Min -- Max
5,01 -- 6,00	18,9897 -- 22,6696
4,01 -- 5,00	15,3097 -- 18,9896
3,01 -- 4,00	11,6297 -- 15,3096
2,01 -- 3,00	7,9497 -- 11,6296
1,01 -- 2,00	4,2697 -- 7,9496
0,00 -- 1,00	0,5896 -- 4,2696

Tabela D.14. Valores obtidos para o fator estatístico qui-quadrado reduzido (χ^2) nas três temperaturas de análise de isotermas de dessorção de farinha proteico/gordurosa (FMB).

Fator Estatístico	Modelos	20°C	Score	30°C	Score	40°C	Score	Soma de Scores
χ^2	Oswin	0,1029	1,2609	0,1904	2,3404	0,0851	1,043	4,6443
	BET	0,4872	5,9988	0,1438	1,7614	0,3271	4,022	11,7822
	GAB	0,0492	0,5914	0,0082	0,0852	0,0017	0,0049	0,6815
	Peleg	0,0444	0,5321	0,0072	0,0728	0,0020	0,0086	0,6135
	Chirife	0,0942	1,1544	0,0174	0,1988	0,0126	0,1395	1,4927
	Halsey	0,0026	0,0160	0,0013	0,0000	0,0016	0,0037	0,0197
	Langmuir	0,2688	3,3086	0,0242	0,2827	0,1189	1,4567	5,0480
	Chen	0,0061	0,0592	0,0017	0,0049	0,0032	0,0234	0,0875
	Smith	0,2244	2,7556	0,2402	2,9498	0,2007	2,4665	8,1719

As faixas simbolizam a classe em que cada valor foi interpolado, de acordo com a distribuição de frequência mostrada abaixo com auxílio da regra de Sturges.

Fator Estatístico (χ^2)

Scores	Distribuição de Frequência
Min -- Max	Min -- Max
5,01 -- 6,00	0,4064 -- 0,4873
4,01 -- 5,00	0,3254 -- 0,4063
3,01 -- 4,00	0,2444 -- 0,3253
2,01 -- 3,00	0,1634 -- 0,2443
1,01 -- 2,00	0,0824 -- 0,1633
0,00 -- 1,00	0,0013 -- 0,0823

Tabela D.15. Valores obtidos para o fator estatístico raiz do quadrado médio do erro (RQME) nas três temperaturas de análise de isothermas de dessorção de farinha proteico/gordurosa (FMB).

Fator Estatístico	Modelos	20°C	Score	30°C	Score	40°C	Score	Soma de Scores
RQME	Oswin	0,3128	2,586	0,4296	3,6697	0,2867	2,3458	8,6015
	BET	0,6808	5,9997	0,3733	3,1517	0,5620	4,8970	14,0484
	GAB	0,2136	1,6642	0,0882	0,4968	0,0405	0,0539	2,2149
	Peleg	0,2002	1,5409	0,0822	0,4410	0,0433	0,0799	2,0618
	Chirife	0,2955	2,4268	0,1287	0,8728	0,1092	0,6917	3,9913
	Halsey	0,0498	0,1402	0,0347	0,0000	0,0393	0,0427	0,1829
	Langmuir	0,5057	4,3789	0,1524	1,1011	0,3385	2,8224	8,3024
	Chen	0,0753	0,3770	0,0405	0,0539	0,0552	0,1903	0,6212
	Smith	0,4621	3,9687	0,4825	4,1655	0,4402	3,7672	11,9014

As faixas simbolizam a classe em que cada valor foi interpolado, de acordo com a distribuição de frequência mostrada abaixo com auxílio da regra de Sturges.

Fator Estatístico (RQME)

Scores	Distribuição de Frequência
Min -- Max	Min -- Max
5,01 -- 6,00	0,5733 -- 0,6809
4,01 -- 5,00	0,4656 -- 0,5732
3,01 -- 4,00	0,3579 -- 0,4655
2,01 -- 3,00	0,2502 -- 0,3578
1,01 -- 2,00	0,1425 -- 0,2501
0,00 -- 1,00	0,0347 -- 0,1424

Tabela D.16. Valores obtidos para o fator estatístico coeficiente de correlação (R^2) nas três temperaturas de análise de isotermas de dessorção de farinha proteico/gordurosa (FMB).

Fator Estatístico	Modelos	20°C	Score	30°C	Score	40°C	Score	Soma de Scores
R^2	Oswin	0,9866	1,0256	0,9674	2,5245	0,9845	1,1893	4,7394
	BET	0,9364	4,9454	0,9754	1,8987	0,9403	4,6414	11,4855
	GAB	0,9937	0,4688	0,9986	0,0859	0,9997	0,0000	0,5547
	Peleg	0,9945	0,4063	0,9988	0,0703	0,9996	0,0078	0,4844
	Chirife	0,9880	0,9141	0,9972	0,1953	0,9977	0,1563	1,2657
	Halsey	0,9663	2,6102	0,9651	2,7038	0,9672	2,5401	7,8541
	Langmuir	0,9649	2,7194	0,9938	0,4609	0,9764	1,8207	5,001
	Chen	0,9232	5,9766	0,9523	3,7038	0,9354	5,0256	14,706
	Smith	0,9707	2,2672	0,9589	3,1893	0,9634	2,8363	8,2928

As faixas simbolizam a classe em que cada valor foi interpolado, de acordo com a distribuição de frequência mostrada abaixo com auxílio da regra de Sturges.

Fator Estatístico (R^2)

Scores	Distribuição de Frequência
Min -- Max	Max -- Min
5,01 -- 6,00	0,9356 -- 0,9229
4,01 -- 5,00	0,9484 -- 0,9357
3,01 -- 4,00	0,9612 -- 0,9485
2,01 -- 3,00	0,9740 -- 0,9613
1,01 -- 2,00	0,9868 -- 0,9741
0,00 -- 1,00	0,9997 -- 0,9869

APÊNDICE E. Tempo ótimo de cozimento (TOC), ganho de massa (GM), perda de sólidos (PS), atividade de água (aw) e firmeza das formulações experimentais de massas alimentícias em função da concentração de semolina (SEM), farinha fibrosa de milho (FMA) e farinha proteico/gordurosa de milho (FMB).

Experimento	Concentrações			TOC (min)	GM (g/100g)	PS (g/100g)	aw	Firmeza (N)
	SEM	FMA	FMB					
F1	0,7	0,2	0,1	13,22	107,88	0,38	0,99	5,38
F2	0,65	0,25	0,1	10,11	139,65	0,50	0,99	5,36
F3	0,5	0,25	0,25	11,89	217,70	0,38	0,99	2,35
F4	0,7	0,1	0,2	12,89	111,30	0,34	0,98	3,46
F5	0,65	0,1	0,25	8,56	86,16	0,37	0,99	4,58
F6	0,64	0,18	0,18	10,22	107,25	0,35	0,99	5,38
F7	0,64	0,18	0,18	10,56	107,31	0,34	0,99	5,40
F8	0,64	0,18	0,18	10,00	107,45	0,34	0,99	5,36

APÊNDICE F. Parâmetros instrumentais de cor (L*, a*, b*), cromaticidade (croma) e °Hue das formulações experimentais de massas alimentícias em função da concentração de semolina (SEM), farinha fibrosa de milho (FMA) e farinha proteico/gordurosa de milho (FMB).

Experimento	Concentrações			L*	a*	b*	Croma	°Hue
	SEM	FMA	FMB					
F1	0,7	0,2	0,1	69,71	6,82	35,53	36,19	79,14
F2	0,65	0,25	0,1	73,7	6,52	33,31	33,95	78,93
F3	0,5	0,25	0,25	70,59	10,13	43,12	44,30	76,78
F4	0,7	0,1	0,2	73,65	8,58	40,23	41,14	77,96
F5	0,65	0,1	0,25	71,01	10,42	45,46	46,64	77,09
F6	0,64	0,18	0,18	72,68	8,4	40,21	41,08	78,20
F7	0,64	0,18	0,18	72,05	8,62	40,59	41,10	78,01
F8	0,64	0,18	0,18	72,27	8,44	40,1	41,06	78,10

ANEXOS

ANEXO A. Análise de variância dos modelos para influência da mistura ternária de FMA:FMB:SEM nas propriedades de massas alimentícias, contendo significância do erro total, falta de ajuste, erro puro e erro total ajustado.

ANEXO A.1. Análise de variância do modelo para tempo ótimo de cozimento, contendo significância do erro total, falta de ajuste, erro puro e erro total ajustado.

	SS	GL	SQ	F	p
Modelo	17,66898	5	3,533796	45,18730	0,021792
Erro total	0,15641	2	0,078203		
Falta de ajuste	0,00000	0	0,000000		
Erro puro	0,15641	2	0,078203		
Erro total ajustado	17,82539	7	2,546484		

ANEXO A.2. Análise de variância do modelo para ganho de massa, contendo significância do erro total, falta de ajuste, erro puro e erro total ajustado.

	SS	GL	SQ	F	p
Modelo	11704,36	5	2340,87	219379,2	0,0000005
Erro total	0,02	2	0,011		
Falta de ajuste	0,00	0	0,000		
Erro puro	0,02	2	0,011		
Erro total ajustado	11704,39	7	1672,06		

ANEXO A.3. Análise de variância do modelo para perda de sólidos, contendo significância do erro total, falta de ajuste, erro puro e erro total ajustado.

	SS	GL	SQ	F	p
Modelo	0,0203	5	0,0040	737,70	0,0014
Erro total	0,000011	2	0,000005		
Falta de ajuste	0,0000	0	0,0000		
Erro puro	0,000011	2	0,000005		
Erro total ajustado	0,0203	7	0,0029		

ANEXO A.4. Análise de variância do modelo para atividade de água, contendo significância do erro total, falta de ajuste, erro puro e erro total ajustado.

	SS	GL	SQ	F	p
Modelo	0,000043	3	0,000014	150,70	0,00014
Erro total	0,0000	4	0,0000		
Falta de ajuste	0,0000	2	0,0000	13,2892	0,0699
Erro puro	0,0000	2	0,0000		
Erro total ajustado	0,000043	7	0,000006		

ANEXO A.5. Análise de variância do modelo para luminosidade (L^*), contendo significância do erro total, falta de ajuste, erro puro e erro total ajustado.

	SS	GL	SQ	F	p
Modelo	14,13712	4	3,5343	50,2426	0,0044
Erro total	0,2110	3	0,0703		
Falta de ajuste	0,0066	1	0,0066	0,0642	0,8236
Erro puro	0,2045	2	0,1022		
Erro total ajustado	14,3482	7	2,0497		

ANEXO A.6. Análise de variância do modelo para parâmetro de cor a^* , contendo significância do erro total, falta de ajuste, erro puro e erro total ajustado.

	SS	GL	SQ	F	p
Modelo	12,8332	2	6,4166	111,9024	0,000071
Erro total	0,2867	5	0,057341		
Falta de ajuste	0,2592	3	0,086413	6,2922	0,1402
Erro puro	0,02747	2	0,013733		
Erro total ajustado	13,11989	7	1,874270		

ANEXO A.7. Análise de variância do modelo para parâmetro de cor b*, contendo significância do erro total, falta de ajuste, erro puro e erro total ajustado.

	SS	GL	SQ	F	p
Modelo	103,9437	4	25,98594	146,6633	0,000904
Erro total	0,5315	3	0,1772		
Falta de ajuste	0,3993	1	0,39934	6,0415	0,1332
Erro puro	0,1322	2	0,06610		
Erro total ajustado	104,4753	7	14,92504		

ANEXO A.8. Análise de variância do modelo para croma, contendo significância do erro total, falta de ajuste, erro puro e erro total ajustado.

	SS	GL	SQ	F	p
Modelo	114,7237	4	28,68092	175,5093	0,000692
Erro total	0,4902	3	0,16342		
Falta de ajuste	0,3397	1	0,33971	4,5135	0,167566
Erro puro	0,1505	2	0,07527		
Erro total ajustado	115,2139	7	16,45913		

ANEXO A.9. Análise de variância do modelo para °Hue, contendo significância do erro total, falta de ajuste, erro puro e erro total ajustado.

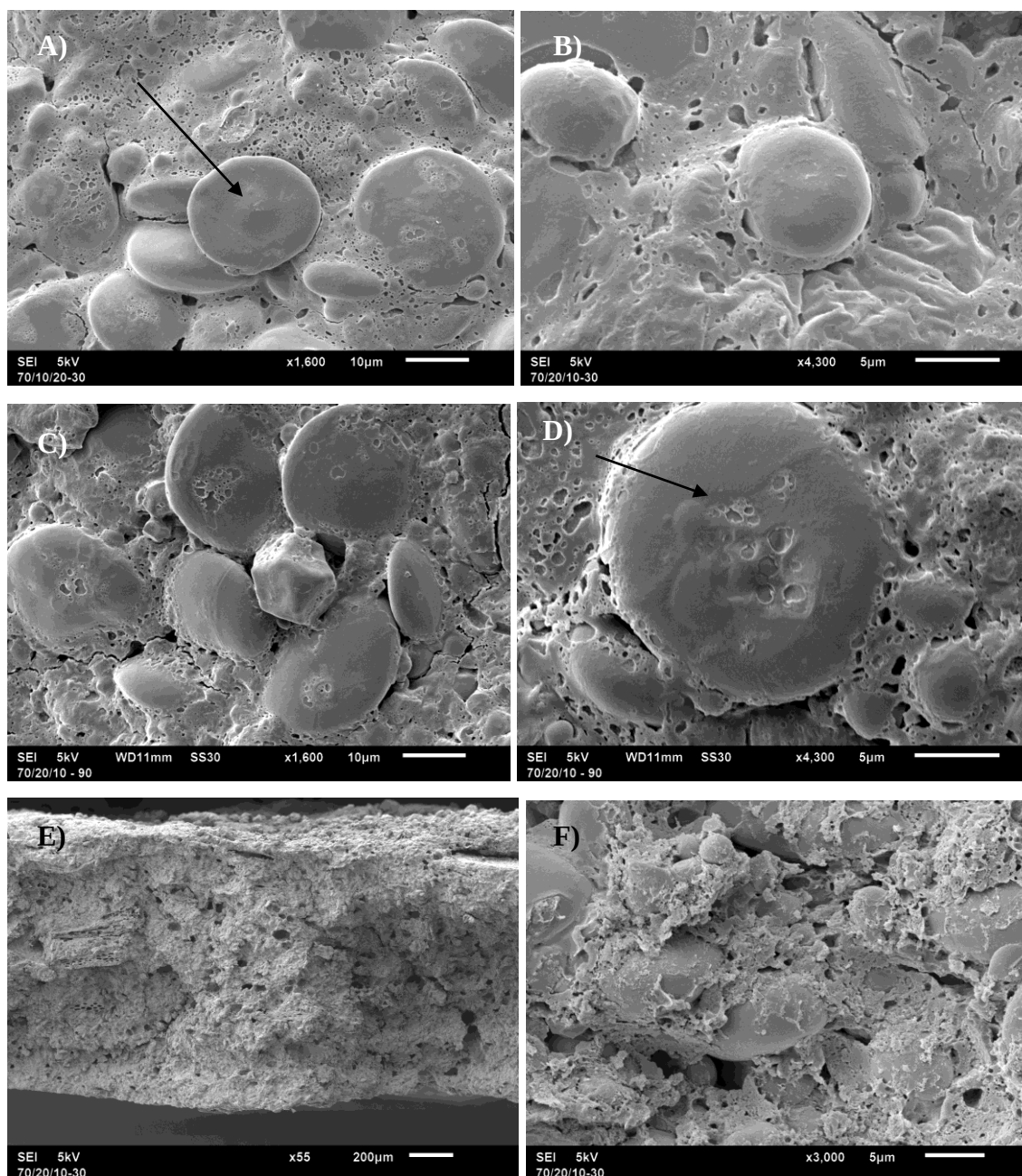
	SS	GL	SQ	F	p
Modelo	4,446930	2	2,223465	187,2449	0,000020
Erro total	0,059373	5	0,011875		
Falta de ajuste	0,041435	3	0,013812	1,5399	0,417007
Erro puro	0,017938	2	0,008969		
Erro total ajustado	4,506303	7	0,643758		

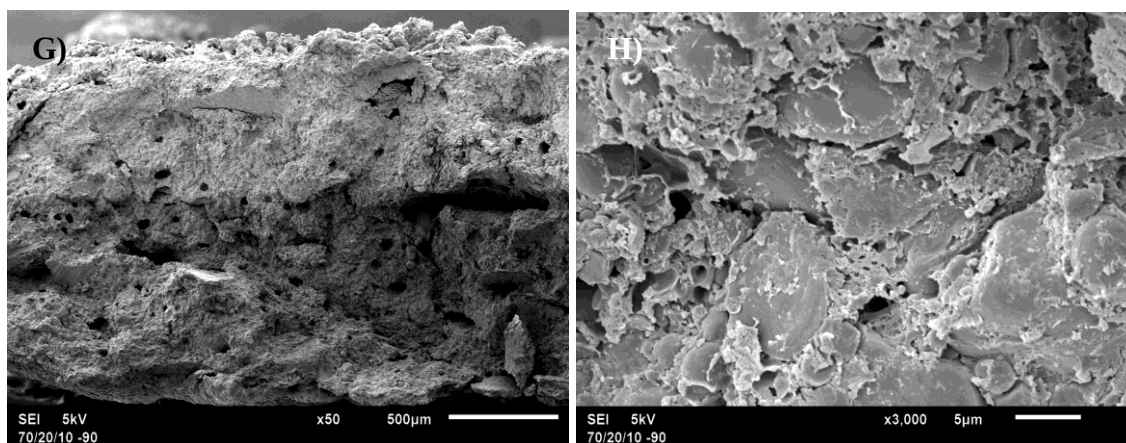
ANEXO A.10. Análise de variância do modelo para firmeza, contendo significância do erro total, falta de ajuste, erro puro e erro total ajustado.

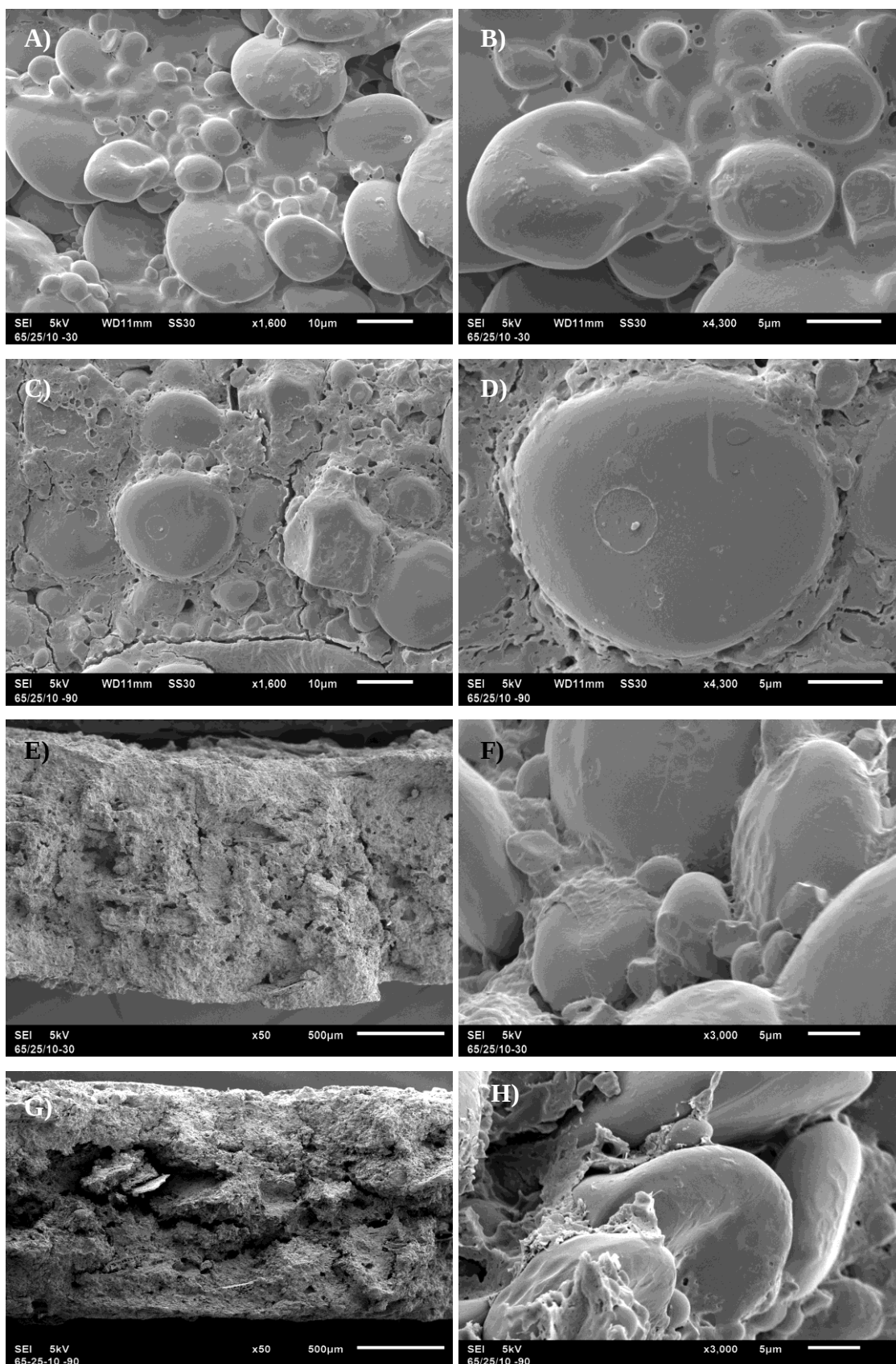
	SS	GL	SQ	F	p
Modelo	9,360104	5	1,872021	6584,590	0,000152
Erro total	0,000569	2	0,000284		
Falta de ajuste	0,0000	0	0,0000		
Erro puro	0,000569	2	0,000284		
Erro total ajustado	9,360673	7	1,337239		

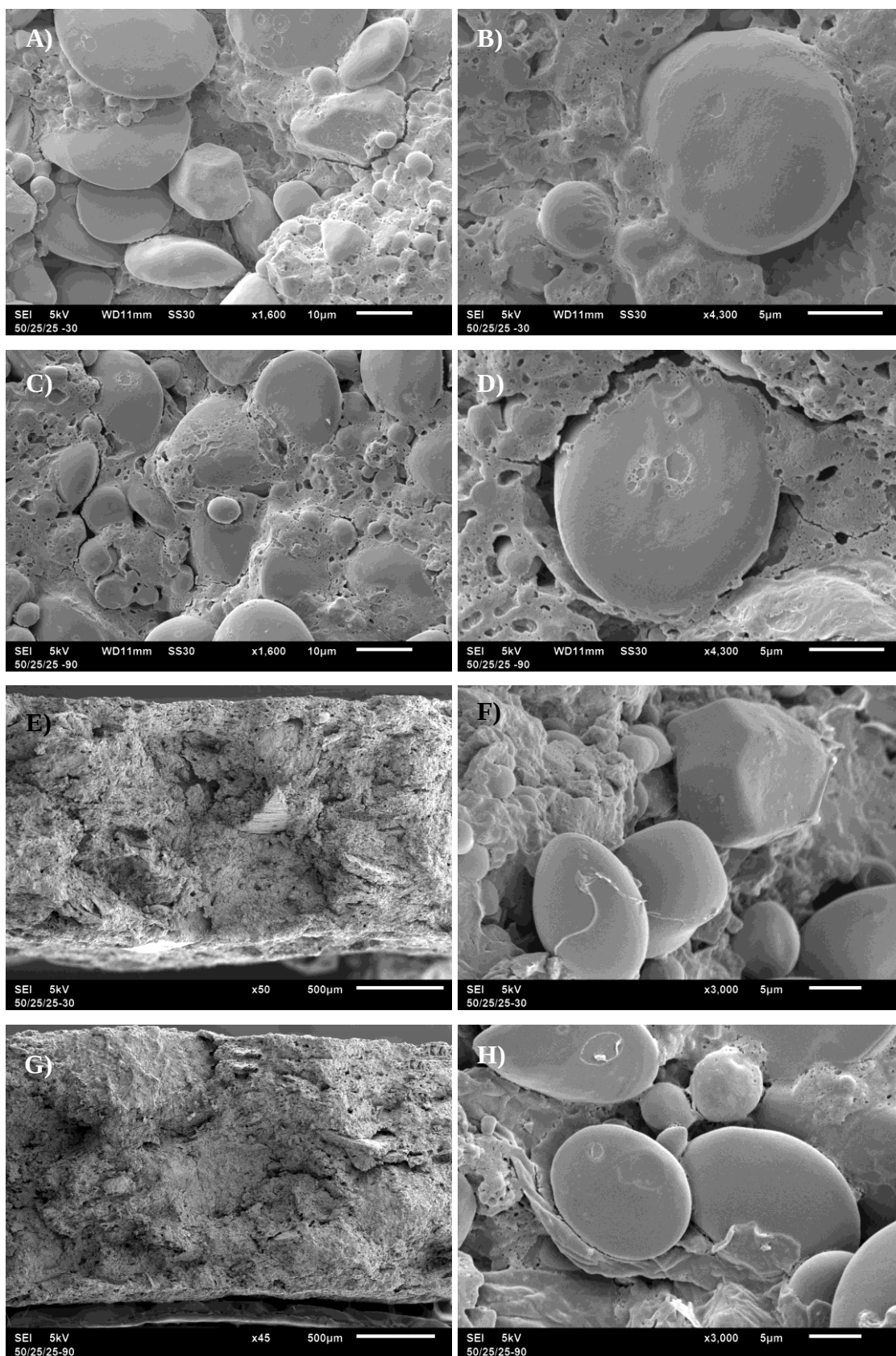
ANEXO B. Micrografias das massas alimentícias secas a 30°C e a 90°C respectivamente, em todas as formulações com ampliação de 1600x e 4300x para a superfície e de 55x e 3000x para corte transversal.

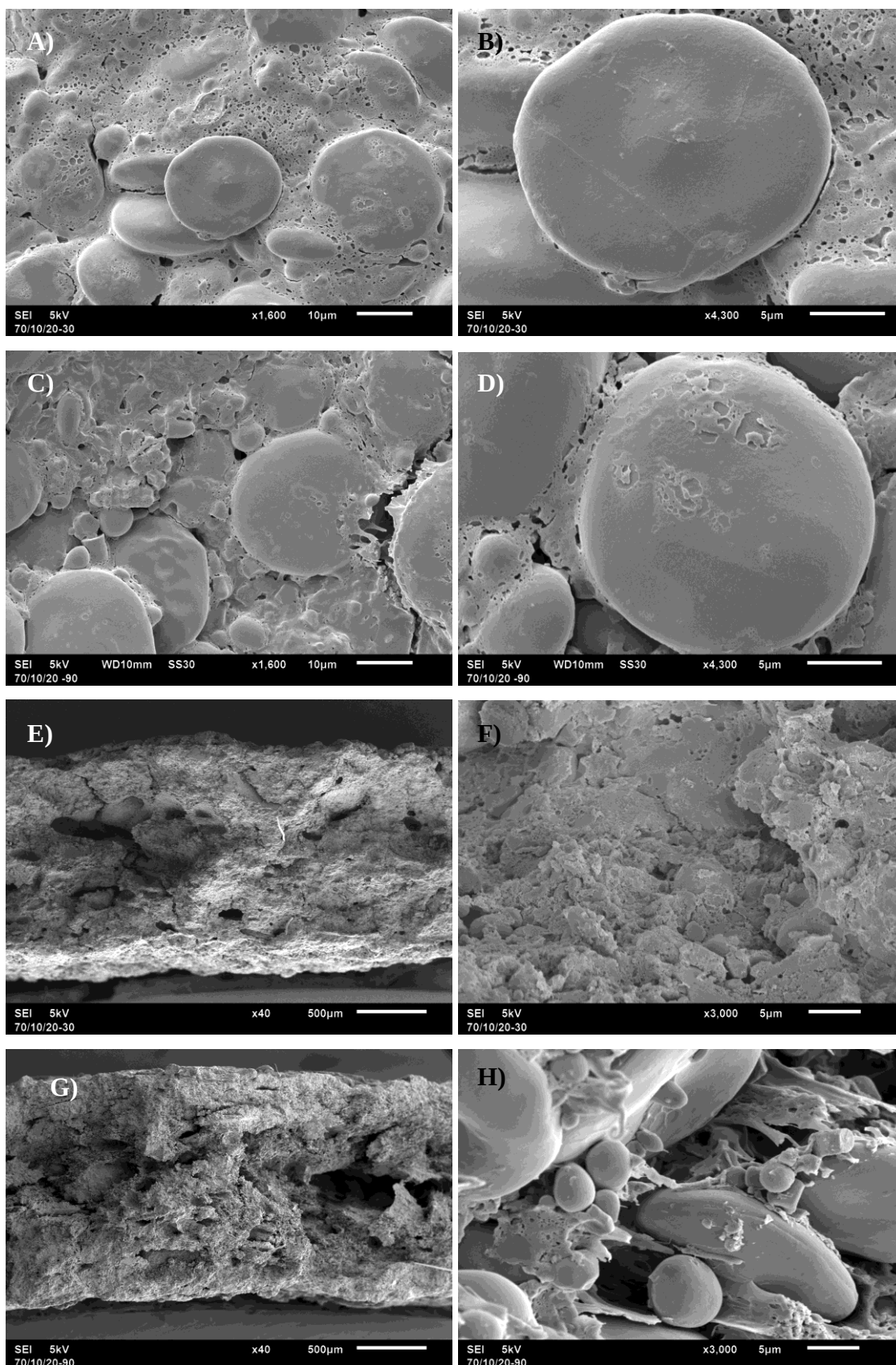
ANEXO B.1. Micrografias da formulação F1.

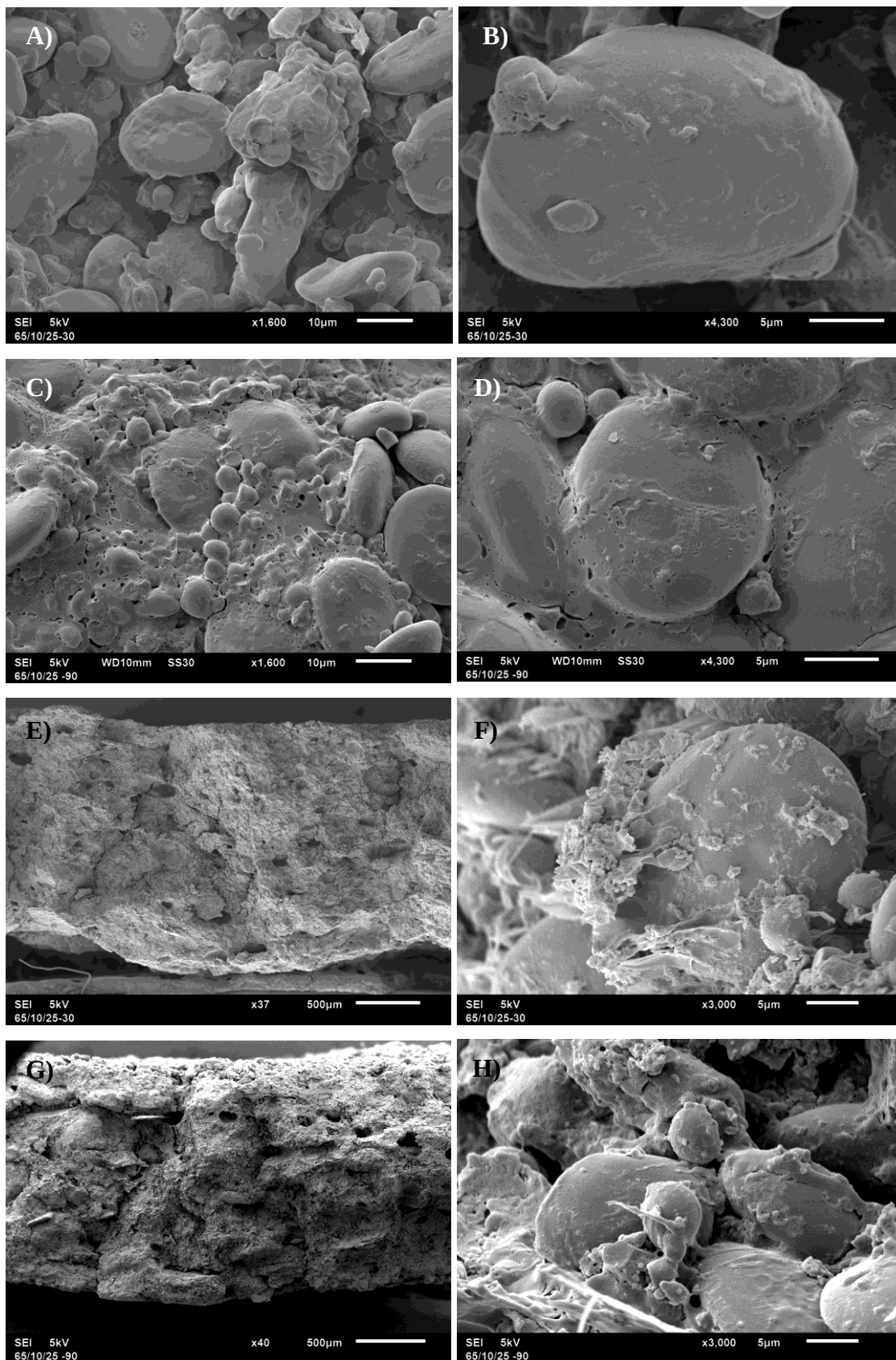




ANEXO B.2. Micrografias da formulação F2.

ANEXO B.3. Micrografias da formulação F3.

ANEXO B.4. Micrografias da formulação F4.

ANEXO B.5. Micrografias da formulação F5.

ANEXO B.6. Micrografias da formulação F6.