

MARCIO SCHMIELE

**CARACTERIZAÇÃO DAS FRAÇÕES COM DIFERENTES
GRANULOMETRIAS DE MILHO DENTADO E DURO E
AVALIAÇÃO NA QUALIDADE DE EXTRUSADOS EXPANDIDOS**

**Campinas
2009**



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS
DEPARTAMENTO DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS



CARACTERIZAÇÃO DAS FRAÇÕES COM DIFERENTES GRANULOMETRIAS DE MILHO DENTADO E DURO E AVALIAÇÃO NA QUALIDADE DE EXTRUSADOS EXPANDIDOS

Dissertação apresentada à Faculdade
de Engenharia de Alimentos, da
Universidade Estadual de Campinas,
para a obtenção do Título de Mestre em
Tecnologia de Alimentos.

Marcio Schmiele
Bacharel em Química de Alimentos

Prof. Dr. Yoon Kil Chang
Orientador

Campinas
2009

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FEA – UNICAMP

Schmiele, Marcio
Sch56c Caracterização das frações com diferentes granulometrias de milho
dentado e duro e avaliação na qualidade de extrusados expandidos /
Marcio Schmiele. – Campinas, SP: [s.n.], 2009.

Orientador: Yoon Kil Chang
Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de Campinas.
Faculdade de Engenharia de Alimentos

1. Milho. 2. Frações de moagem. 3. Granulometria. 4.
Extrusão. I. Chang, Yoon Kil. II. Universidade Estadual de
Campinas.Faculdade de Engenharia de Alimentos. III. Título.

(cars/fea)

Título em inglês: Characterization of the dent and flint corn fractions with different particle sizes
and evaluation on the quality expanded extrudes

Palavras-chave em inglês (Keywords): Corn, Milling fractions, Particle size, Extrusion

Titulação: Mestre em Tecnologia de Alimentos

Banca examinadora: Yoon Kil Chang

Caroline Joy Steel

Maria Teresa Pedrosa Silva Clerici

Data de defesa: 20/03/2009

Programa de Pós Graduação: Programa em Tecnologia de Alimentos



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS
DEPARTAMENTO DE TECNOLOGIA DE ALIMENTOS



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de Mestrado, em sessão pública realizada em 20 de março de 2009, considerou o candidato Marcio Schmiele aprovado.

Prof. Dr. Yoon Kil Chang
Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP
Orientador

Prof^a. Dr^a. Caroline Joy Steel
Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP
Membro

Prof^a. Dr^a. Maria Teresa Pedrosa Silva Clerici
Centro Universitário Hermínio Ometto de Araras - UNIARARAS
Membro

Aos meus pais,
Theodoro e Zelinha

Dedico

AGRADECIMENTOS

À Deus, pela vida e por permitir que eu vá em busca dos meus ideais;

À minha família, pelo amor incondicional, exemplo de vida, apoio, compreensão e incentivo;

Ao Prof. Dr. Yoon Kil Chang pela orientação, dedicação e amizade;

À Universidade Estadual de Campinas, pelo suporte institucional;

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, pela concessão da bolsa de estudos;

Às indústrias Mina Mercantil e Milhão Alimentos, pela doação das matérias-primas;

Ao Laboratório de Reologia da Embrapa – Agroindústria de Alimentos, na pessoa do Dr. Carlos Wanderlei Piler de Carvalho, pela análise realizada;

Ao Centro de Pesquisa e Desenvolvimento de Frutas e Hortaliças do Instituto de Tecnologia de Alimentos, por possibilitar o uso do moinho;

Aos colegas do Laboratório de Cereais, Gabriela, Camila, Leandra, Eliza, Matheus, Luz Maria, Leomar, Paula, Leilane, Alessandra e Débora pela amizade, convívio e ajuda prestada;

À Dr^a. Maria Teresa pelas valiosas sugestões e auxílio durante a execução do trabalho e pela amizade;

Aos membros da Comissão Julgadora pelas sugestões feitas com objetivo de aprimorar o presente trabalho;

Aos grandes amigos Marcelo e Carla, pelos bons momentos que passamos juntos, mateando, conversando e rindo, vocês são muito especiais para mim, obrigado por tudo;

Aos amigos, Fernando, Paty, Meg, Rita, Vanessa e Luciana, pelos momentos de descontração e pela amizade;

À Magda, à Rosane e à Milene, que mesmo longe demonstraram seu apoio e amizade;

Aos amigos Maurício, Daniele, Fabiano e Alan, pelo convívio enquanto moramos juntos;

Ao Ismael, pelo companheirismo, compreensão, incentivo e confiança.

*“Os vent os que as vezes t ir am algo que amamos, são os
mesmos que t razem algo que aprendemos a amar . Por
isso não devemos chorar pelo que nos foi t irado e sim,
aprender a amar o que nos foi dado. Pois tudo aquilo
que é realment e nosso, nunca se vai para sempre.”*

Bob Marley

RESUMO

O endosperma do grão de milho é formado por uma região vítrea e outra farinácea e ambas apresentam diferenças em composição química e física. Na produção de extrusados expandidos (*snacks*) são utilizadas frações do milho obtidas por moagem via seca que apresentam diferentes granulometrias e variações em composição química. O objetivo do presente trabalho foi avaliar a influência de frações da moagem de milho das variedades dentado e duro com diferentes granulometrias e composição química na qualidade de extrusados expandidos. Foram utilizadas 3 frações de cada variedade correspondendo a farinha fina, farinha grossa e *grits* fino. A matéria-prima foi caracterizada quanto à composição química (proteína bruta, extrato etéreo, cinzas, carboidratos e amilose), física (granulometria, dureza e cor) e reológica (índices de absorção e de solubilidade em água e propriedades viscoamilográficas). Para a produção dos extrusados expandidos foi elaborado um Delineamento Composto Central Rotacional de duas variáveis independentes (x_1 = umidade de condicionamento, entre 14 e 22%, e x_2 = temperatura da matriz, entre 120 e 170°C para milho dentado e 130 e 170°C para milho duro), com 4 ensaios fatoriais, 4 ensaios axiais e 3 repetições no ponto central, totalizando 11 ensaios, para cada fração utilizada. Os resultados foram analisados por Metodologia de Superfície de Resposta e mostraram que a granulometria das diferentes frações apresentaram influência no processo de extrusão e na qualidade dos produtos extrusados. Dentre as variáveis independentes, a umidade de condicionamento apresentou maior efeito sobre a qualidade dos produtos extrusados. Além disso, também foi avaliado o efeito da redução de granulometria da fração de *grits* fino em farinha grossa para a obtenção dos extrusados. As respostas avaliadas foram índice de expansão, força

de compressão (textura), índices de absorção e de solubilidade em água e propriedades viscoamilográficas, como viscosidade a frio, a quente, queda de viscosidade e tendência à retrogradação. Verificou-se que as frações de milho possuem diferenças significativas de composição físico-química e reológica, mas o amido extraído do milho dentado e duro não apresentou diferença significativa nas propriedades viscoamilográficas. As melhores respostas foram obtidas com a utilização da fração intermediária de milho dentado (92,72% das partículas entre 0,500 e 0,177mm) e menor fração de milho duro (91,67% das partículas entre 0,250 e 0,177mm). No entanto, melhores resultados foram obtidos com a fração intermediária de milho dentado. A redução de granulometria da maior fração, como *grits* fino com granulometria predominante entre 0,840 e 0,500mm em tamanho menores (<0,250mm em maior proporção), resultou em melhoras de grande importância tecnológica sobre a qualidade dos extrusados expandidos, especialmente para o índice de expansão e força de compressão, mostrando-se efetivamente viável, principalmente para o milho duro. Foram obtidos coeficientes de correlação lineares e negativos entre o índice de expansão e a força de compressão (entre -0,7617 e -0,9230) e positivos entre o índice de absorção e o solubilidade em água (entre 0,5760 e 0,9589). Conclui-se que frações com diferentes granulometrias apresentaram efeitos diferentes na produção de extrusados expandidos e quanto maior a fração de endosperma vítreo em menores granulometrias, melhores foram os resultados obtidos. A fração M200 apresentou os melhores resultados para o milho dentado e a fração P100, para o milho duro, e para ambas as frações, os melhores resultados foram obtidos com umidade de condicionamento de 14% e temperatura de matriz de 130°C. Além disso, a redução da granulometria do *grits* fino apresentou viabilidade para a produção de extrusados expandidos, principalmente para o milho duro.

Palavras-chave: Milho dentado, milho duro, frações de moagem, granulometria, extrusão, *snacks*.

ABSTRACT

SCHMIELE, M. **Characterization of the dent and flint corn fractions with different particle sizes and evaluation on the quality expanded extrudates.** Campinas. 2009. 223p. Dissertation (Master in Food Technology). Faculty of Food Engineering, State University of Campinas, 2009.

The endosperm of a corn grain is made up of a vitreous region and a farinaceous region, which present different chemical and physical composition. Corn fractions obtained by dry milling, presenting different particle sizes distributions and variations in chemical composition, are used in the production of expanded extrudates (snacks). The objective of the present research was to evaluate the influence of milling fractions from dent and flint corn varieties, with different particle sizes and chemical compositions, on the quality of expanded extrudates. Three fractions from each variety were used, corresponding to the fine flour, coarse flour and fine grits. The raw material was characterized with respect to its chemical (crude protein, ether extract, ash, carbohydrates and amylose), physical (granulometry, hardness and color) and rheological (water absorption and solubility indices and viscoamylographic properties) compositions. For the production of the expanded extrudates, a central composite rotational design was used with two independent variables (x_1 = conditioning moisture content, between 14 and 22%, and x_2 = die temperature, between 120 and 170°C for dent corn and 130 and 170°C for flint corn), 4 factorial trials, 4 axial trials and 3 repetitions at the central point, giving a total of 11 trials for each fraction was used. The results were analyzed using the Response Surface Methodology and showed that the particle sizes of the different fractions had an influence on the extrusion process and on the quality of the expanded extruded products. Of the independent variables, the conditioning moisture content showed the greatest effect on the quality of the extruded products. In addition, the effect of reducing the particle size of the fine

grits fraction to a coarse flour in the production of the extrudates was evaluated. The responses evaluated were the expansion index, the compression force (texture), the water absorption and solubility indices and the viscoamylographic properties, such as the cold and hot viscosities, loss in viscosity and retrogradation tendency. It was shown that the corn fractions had physicochemical and rheological significant different compositions, but the extracted starch for dent and flint corn didn't present significant difference in the viscoamylographic properties. The best responses were obtained using the intermediate fraction of dent corn (92.72% of particles sizes between 0.500 and 0.177mm) and the smallest fraction of flint corn (91.67% of particles sizes between 0.250 and 0.177mm), the best results were obtained using the intermediate fraction of dent corn. The reduction in particle size of larger fraction, such as fine grits with a predominant particle size between 0.840 and 0.500mm, to smaller sizes (majority <0.250mm), resulted in improvements of great technological importance in the quality of the expanded extrudates, especially for expansion index and compression force, and was shown to be effectively viable mainly for flint corn. Linear and negative correlation indices were obtained between the expansion index and the compression force (between -0,7617 and -0,9230), and positive between the water absorption and water solubility indices (between 0,5760 and 0,9589). It was concluded that the fractions with different particle sizes presented different effects on the expanded extrudates production and that the greater the fraction of vitreous endosperm with smaller particle sizes, the better the results obtained. M200 fraction presented the best results for dent corn and P100 fraction for flint corn and for each fractions, the best results was obtained whit 14% for conditioning moisture content and 130°C for the die temperature. In addition, fine grits particle sizes reduction showed viability for expanded extrudates production, mainly the flint corn.

Key words: dent corn, flint corn, milling fractions, particle size, extrusion, snacks.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Produção mundial de milho e principais países produtores durante o período de 2004 a 2009, em milhões de toneladas.....	9
Tabela 2 – Produção brasileira de grãos de milho (milhões de toneladas) no período de 2004 a 2009	11
Tabela 3 – Composição média de grãos de milho tipo dentado, percentual em base seca.....	13
Tabela 4 – Identificação das amostras utilizadas conforme a granulometria	35
Tabela 5 – Perfil para análise viscoamilográfica em RVA (<i>Rapid Visco Analyser</i>) para as frações e o amido da matéria-prima	40
Tabela 6 – Níveis das variáveis independentes do delineamento estatístico para avaliação do comportamento das frações de milho na extrusão.....	41
Tabela 7 – Delineamento estatístico do tipo composto central rotacional 2 ² para avaliação do comportamento das frações de milho na extrusão.....	42
Tabela 8 – Perfil para análise viscoamilográfica em RVA (<i>Rapid Visco Analyser</i>) para os extrusados expandidos.....	45
Tabela 9 – Composição química das frações de milho dentado, expressos em porcentagem (%).....	47
Tabela 10 – Composição química das frações de milho duro, expressos em porcentagem (%) em base seca.....	48
Tabela 11 – Granulometria das frações de milho dentado, expresso em porcentagem (%).....	50
Tabela 12 – Granulometria das frações de milho duro, expresso em porcentagem (%).....	50
Tabela 13 – Cor das frações de milho dentado.....	53
Tabela 14 – Cor das frações de milho duro.....	53
Tabela 15 – Índice de absorção de água (IAA) e índice de solubilidade em água (ISA) para as frações de milho dentado	55
Tabela 16 – Índice de absorção de água (IAA) e índice de solubilidade em água (ISA) para as frações de milho duro	55
Tabela 17 – Comportamento viscoamilográfico das frações de milho dentado, expresso em RVU	58

Tabela 18 – Comportamento viscoamilográfico das frações de milho duro, expresso em RVU	58
Tabela 19 – Resultado experimental obtido no índice de expansão para os extrusados expandidos das frações de milho dentado.....	63
Tabela 20 – Resultado experimental obtido no índice de expansão para os extrusados expandidos das frações de milho duro	64
Tabela 21 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração M100.....	64
Tabela 22 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração M100.....	65
Tabela 23 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração M200.....	66
Tabela 24 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração M200.....	67
Tabela 25 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para o índice de expansão da fração M500	68
Tabela 26 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para o índice de expansão da fração M500	68
Tabela 27 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para o índice de expansão da fração M500R	69
Tabela 28 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para o índice de expansão da fração M500R	70
Tabela 29 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para o índice de expansão da fração P100.....	71
Tabela 30 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para o índice de expansão da fração P100.....	71
Tabela 31 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração P200	72
Tabela 32 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração P200	73
Tabela 33 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração P300	73
Tabela 34 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração P300	74
Tabela 35 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração P300R.....	75

Tabela 36 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração P300R.....	76
Tabela 37 – Resultado experimental obtido na força de compressão (N) para os extrusados expandidos das frações de milho dentado.....	81
Tabela 38 – Resultado experimental obtido na força de compressão (N) para os extrusados expandidos das frações de milho duro	81
Tabela 39 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a força de compressão da fração M100	82
Tabela 40 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a força de compressão da fração M100	83
Tabela 41 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para a força de compressão da fração M200	83
Tabela 42 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para a força de compressão da fração M200	84
Tabela 43 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para a força de compressão da fração M500	85
Tabela 44 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para a força de compressão da fração M500	86
Tabela 45 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para a força de compressão da fração M500R	86
Tabela 46 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para a força de compressão da fração M500R	87
Tabela 47 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para a força de compressão da fração P100.....	88
Tabela 48 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para a força de compressão da fração P100.....	89
Tabela 49 – Análise de efeitos para força de compressão da fração P200.....	89
Tabela 50 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a força de compressão da fração P300	90
Tabela 51 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a força de compressão da fração P300	91
Tabela 52 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a força de compressão da fração P300R	91
Tabela 53 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a força de compressão da fração P300R	92
Tabela 54 – Resultado experimental obtido no índice de absorção de água para os extrusados expandidos das frações de milho dentado.....	98

Tabela 55 – Resultado experimental obtido no índice de absorção de água para os extrusados expandidos das frações de milho duro	99
Tabela 56 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de absorção de água da fração M100.....	99
Tabela 57 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de absorção de água da fração M100.....	100
Tabela 58 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para o índice de absorção de água da fração M200.....	101
Tabela 59 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para o índice de absorção de água da fração M200.....	101
Tabela 60 – Análise de efeitos para o índice de absorção de água da fração M500	102
Tabela 61 – Análise de efeitos para o índice de absorção de água da fração M500R.....	103
Tabela 62 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de absorção de água da fração P100	104
Tabela 63 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de absorção de água da fração P100	104
Tabela 64 – Análise de efeitos para o índice de absorção de água da fração P200	105
Tabela 65 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para o índice de absorção de água da fração P200	106
Tabela 66 – Análise de efeitos para o índice de absorção de água da fração P300	106
Tabela 67 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de absorção de água da fração P300	107
Tabela 68 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para o índice de absorção de água da fração P300R.....	107
Tabela 69 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para o índice de absorção de água da fração P300R.....	108
Tabela 70 – Resultado experimental obtido para o índice de solubilidade em água (%) para os extrusados expandidos das frações de milho dentado	113
Tabela 71 – Resultado experimental obtido para o índice de solubilidade em água (%) para os extrusados expandidos das frações de milho duro	113
Tabela 72 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração M100 ..	114

Tabela 73 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração M100 ..	115
Tabela 74 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração M200 ..	116
Tabela 75 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração M200 ..	116
Tabela 76 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração M500 ..	117
Tabela 77 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração M500 ..	118
Tabela 78 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração M500R	118
Tabela 79 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração M500R	119
Tabela 80 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração P100 ...	120
Tabela 81 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração P100 ...	121
Tabela 82 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração P200 ...	121
Tabela 83 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para o índice de solubilidade em água da fração P300	122
Tabela 84 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para o índice de solubilidade em água da fração P300	123
Tabela 85 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração P300R	123
Tabela 86 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração P300R	124
Tabela 87 – Resultado experimental obtido para a viscosidade a frio para os extrusados expandidos das frações de milho dentado, expresso em RVU	129
Tabela 88 – Resultado experimental obtido para a viscosidade a frio para os extrusados expandidos das frações de milho duro, expresso em RVU.....	129
Tabela 89 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a frio da fração M100	130
Tabela 90 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a frio da fração M200	130

Tabela 91 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a frio da fração M200	131
Tabela 92 – Análise de efeitos para a viscosidade a frio da fração M500	132
Tabela 93 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para a viscosidade a frio da fração M500R	133
Tabela 94 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para a viscosidade a frio da fração M500R	133
Tabela 95 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a frio da fração P100	134
Tabela 96 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a frio da fração P100	135
Tabela 97 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a frio da fração P200	136
Tabela 98 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a frio da fração P300	136
Tabela 99 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a frio da fração P300R	137
Tabela 100 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a frio da fração P300R	138
Tabela 101 – Resultado experimental obtido para a viscosidade a quente para os extrusados expandidos das frações de milho dentado, expresso em RVU	142
Tabela 102 – Resultado experimental obtido para a viscosidade a quente para os extrusados expandidos das frações de milho duro, expresso em RVU	142
Tabela 103 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a quente da fração M100	143
Tabela 104 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a quente da fração M200	144
Tabela 105 – Análise de efeitos para a viscosidade a quente da fração M500 ...	144
Tabela 106 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a quente da fração M500R	145
Tabela 107 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a quente da fração P100	146
Tabela 108 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a quente da fração P100	146
Tabela 109 – Análise de efeitos para a viscosidade a quente da fração P200 ...	147
Tabela 110 – Análise de efeitos para a viscosidade a quente da fração P300 ...	148

Tabela 111 – Análise de efeitos para a viscosidade a quente da fração P300R.	149
Tabela 112 – Resultado experimental obtido para a queda de viscosidade para os extrusados expandidos das frações de milho dentado, expresso em RVU	152
Tabela 113 – Resultado experimental obtido para a queda de viscosidade para os extrusados expandidos das frações de milho duro, expresso em RVU.....	153
Tabela 114 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a queda de viscosidade da fração M100	153
Tabela 115 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a queda de viscosidade da fração M100	154
Tabela 116 – Análise de efeitos para a queda de viscosidade da fração M200..	155
Tabela 117 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para a queda de viscosidade da fração M200	156
Tabela 118 – Análise de efeitos para a queda de viscosidade da fração M500..	156
Tabela 119 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para a queda de viscosidade da fração M500R	157
Tabela 120 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para a queda de viscosidade da fração M500R	158
Tabela 121 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a queda de viscosidade da fração P100	158
Tabela 122 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a queda de viscosidade da fração P100	159
Tabela 123 – Coeficientes de regressão para os fatores completos para a queda de viscosidade da fração P200	160
Tabela 124 – Análise de efeitos para a queda de viscosidade da fração P300 ..	160
Tabela 125 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a queda de viscosidade da fração P300R	161
Tabela 126 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a queda de viscosidade da fração P300R	162
Tabela 127 – Resultado experimental obtido para a tendência à retrogradação para os extrusados expandidos das frações de milho dentado, expresso em RVU	166
Tabela 128 – Resultado experimental obtido para a tendência à retrogradação para os extrusados expandidos das frações de milho duro, expresso em RVU..	167
Tabela 129 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração M100	167

Tabela 130 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração M100	168
Tabela 131 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração M200	169
Tabela 132 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração M200	169
Tabela 133 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para a tendência à retrogradação da fração M500.....	170
Tabela 134 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para a tendência à retrogradação da fração M500.....	171
Tabela 135 – Análise de efeitos para a tendência à retrogradação da fração M500R.....	172
Tabela 136 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a tendência à retrogradação da fração M500R	172
Tabela 137 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração P100.....	173
Tabela 138 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração P100.....	174
Tabela 139 – Análise de efeitos para a tendência à retrogradação da fração P200	175
Tabela 140 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração P300.....	175
Tabela 141 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração P300.....	176
Tabela 142 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração P300R	177
Tabela 143 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração P300R	178
Tabela 144 – Temperatura de pasta das frações e do amido de milho dentado e duro, expresso em RVU	199
Tabela 145 – Comportamento viscoamilográfico do amido de milho dentado e duro, expresso em RVU	199
Tabela 146 – Análise de efeitos para índice de expansão da fração M100	200
Tabela 147 – Análise de efeitos para índice de expansão da fração M200	200
Tabela 148 – Análise de efeitos para índice de expansão da fração M500	200
Tabela 149 – Análise de efeitos para índice de expansão da fração M500R.....	201

Tabela 150 – Análise de efeitos para índice de expansão da fração P100	201
Tabela 151 – Análise de efeitos para índice de expansão da fração P200	201
Tabela 152 – Análise de efeitos para índice de expansão da fração P300	201
Tabela 153 – Análise de efeitos para índice de expansão da fração P300R	202
Tabela 154 – Análise de efeitos para a força de compressão da fração M100 ...	202
Tabela 155 – Análise de efeitos para a força de compressão da fração M200 ...	202
Tabela 156 – Análise de efeitos para força de compressão da fração M500	202
Tabela 157 – Análise de efeitos para força de compressão da fração M500R ...	203
Tabela 158 – Análise de efeitos para força de compressão da fração P100.....	203
Tabela 159 – Análise de efeitos para força de compressão da fração P300.....	203
Tabela 160 – Análise de efeitos para força de compressão da fração P300R	203
Tabela 161 – Análise de efeitos para o índice de absorção de água da fração M100	204
Tabela 162 – Análise de efeitos para o índice de absorção de água da fração M200	204
Tabela 163 – Análise de efeitos para o índice de absorção de água da fração P100	204
Tabela 164 – Análise de efeitos para o índice de absorção de água da fração P300R	205
Tabela 165 – Análise de efeitos para o índice de solubilidade em água da fração M100	205
Tabela 166 – Análise de efeitos para o índice de solubilidade em água da fração M200	205
Tabela 167 – Análise de efeitos para o índice de solubilidade em água da fração M500	206
Tabela 168 – Análise de efeitos para o índice de solubilidade em água da fração M500R.....	206
Tabela 169 – Análise de efeitos para o índice de solubilidade em água da fração P100	206
Tabela 170 – Análise de efeitos para o índice de solubilidade em água da fração P200	207
Tabela 171 – Análise de efeitos para o índice de solubilidade em água da fração P300	207
Tabela 172 – Análise de efeitos para o índice de solubilidade em água da fração P300R	207

Tabela 173 – Análise de efeitos para a viscosidade a frio da fração M100.....	208
Tabela 174 – Análise de efeitos para a viscosidade a frio da fração M200.....	208
Tabela 175 – Análise de efeitos para a viscosidade a frio da fração M500R	208
Tabela 176 – Análise de efeitos para a viscosidade a frio da fração P100	208
Tabela 177 – Análise de efeitos para a viscosidade a frio da fração P200	209
Tabela 178 – Análise de efeitos para a viscosidade a frio da fração P300	209
Tabela 179 – Análise de efeitos para a viscosidade a frio da fração P300R.....	209
Tabela 180 – Análise de efeitos para a viscosidade a quente da fração M100...	209
Tabela 181 – Análise de efeitos para a viscosidade a quente da fração M200...	210
Tabela 182 – Análise de efeitos para a viscosidade a quente da fração M500R	210
Tabela 183 – Análise de efeitos para a viscosidade a quente da fração P100 ...	210
Tabela 184 – Análise de efeitos para a queda de viscosidade da fração M100..	210
Tabela 185 – Análise de efeitos para a queda de viscosidade da fração M500R	211
Tabela 186 – Análise de efeitos para a queda de viscosidade da fração P100 ..	211
Tabela 187 – Análise de efeitos para a queda de viscosidade da fração P200 ..	211
Tabela 188 – Análise de efeitos para a queda de viscosidade da fração P300R	211
Tabela 189 – Análise de efeitos para a tendência à retrogradação da fração M100	212
Tabela 190 – Análise de efeitos para a tendência à retrogradação da fração M200	212
Tabela 191 – Análise de efeitos para a tendência à retrogradação da fração M500	212
Tabela 192 – Análise de efeitos para a tendência à retrogradação da fração P100	212
Tabela 193 – Análise de efeitos para a tendência à retrogradação da fração P300	213
Tabela 194 – Análise de efeitos para a tendência à retrogradação da fração P300R	213
Tabela 195 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a força de compressão da fração P200.....	214
Tabela 196 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para o índice de absorção de água da fração M500.....	214
Tabela 197 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para o índice de absorção de água da fração M500R	214

Tabela 198 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para o índice de solubilidade em água da fração P200	215
Tabela 199 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a frio da fração M100	215
Tabela 200 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a frio da fração M500	215
Tabela 201 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a frio da fração P200	216
Tabela 202 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a frio da fração P300	216
Tabela 203 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a quente da fração M100	216
Tabela 204 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a quente da fração M200	217
Tabela 205 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a quente da fração M500	217
Tabela 206 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a quente da fração M500R	217
Tabela 207 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a quente da fração P200	218
Tabela 208 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a quente da fração P300	218
Tabela 209 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a quente da fração P300R	218
Tabela 210 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para queda de viscosidade da fração M500	219
Tabela 211 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a queda de viscosidade da fração P200	219
Tabela 212 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a queda de viscosidade da fração P300	219
Tabela 213 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a tendência à retrogradação da fração P200	220
Tabela 214 – Coeficientes de correlação de Pearson ($p < 0,10$) entre as variáveis dependentes do delineamento experimental da fração M100	221
Tabela 215 – Coeficientes de correlação de Pearson ($p < 0,10$) entre as variáveis dependentes do delineamento experimental da fração M200	221

Tabela 216 – Coeficientes de correlação de Pearson ($p < 0,10$) entre as variáveis dependentes do delineamento experimental da fração M500	222
Tabela 217 – Coeficientes de correlação de Pearson ($p < 0,10$) entre as variáveis dependentes do delineamento experimental da fração M500R	222
Tabela 218 – Coeficientes de correlação de Pearson ($p < 0,10$) entre as variáveis dependentes do delineamento experimental da fração P100.....	222
Tabela 219 – Coeficientes de correlação de Pearson ($p < 0,10$) entre as variáveis dependentes do delineamento experimental da fração P200.....	223
Tabela 220 – Coeficientes de correlação de Pearson ($p < 0,10$) entre as variáveis dependentes do delineamento experimental da fração P300.....	223
Tabela 221 – Coeficientes de correlação de Pearson ($p < 0,10$) entre as variáveis dependentes do delineamento experimental da fração P300R	223

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Produção brasileira de milho em grãos (ton).....	10
Figura 2 – Estrutura do grão de milho	12
Figura 3 – Milho duro (A) e milho dentado (B) em espiga e milho duro (C) e milho dentado (D) em grãos.....	16
Figura 4 – Fluxograma de moagem seca de milho	18
Figura 5 – Localização de diferentes frações obtidas durante moagem via seca .	19
Figura 6 – Dureza das frações de milho dentado (M100, M200, M500 e M500R) e duro (P100, P200, P300 e P300R).....	51
Figura 7 – Cor das frações de milho dentado (M100, M200, M500 e M500R) e duro (P100, P200, P300 e P300R).....	54
Figura 8 – Correlação entre índice de absorção de água e viscosidade máxima para as milho dentado (a) e duro (b).....	61
Figura 9 – Comportamento viscoamilográfico de amido de milho dentado e duro.	62
Figura 10 – Superfícies de resposta para índice de expansão dos extrusados expandidos das frações de milho dentado e duro.....	77
Figura 11 – Superfícies de resposta para a força de compressão dos extrusados expandidos das frações de milho dentado e duro.....	93
Figura 12 – Coeficientes de correlação entre força de compressão e índice de expansão de todas as frações (a) e de M200 (b).....	95
Figura 13 – Superfícies de resposta para o índice de absorção de água dos extrusados expandidos das frações de milho dentado e duro.....	109
Figura 14 – Coeficiente de correlação entre índice de expansão e índice de absorção de água para M100 (a) e P300R (b).....	112
Figura 15 – Superfícies de resposta para o índice de solubilidade em água dos extrusados das frações de milho dentado e duro.....	125
Figura 16 – Coeficiente de correlação entre índice de solubilidade em água e índice de absorção de água para P100 (a) e índice de expansão para P300R (b).....	128
Figura 17 – Superfícies de resposta para a viscosidade a frio dos extrusados expandidos das frações de milho dentado e duro.....	138

Figura 18 – Coeficiente de correlação entre viscosidade a frio e índice de absorção de água para P100 (a) e P300R (b).	140
Figura 19 – Superfície de resposta para a viscosidade a quente da fração P100.	147
Figura 20 – Coeficiente de correlação entre viscosidade a quente e viscosidade a frio para M100 (a) e P100 (b).	150
Figura 21 – Comportamento viscoamilográfico do ensaio com tratamento de maior severidade para cada fração de milho utilizada.	151
Figura 22 – Superfícies de resposta para a queda de viscosidade dos extrusados expandidos das frações de milho dentado e duro.	163
Figura 23 – Coeficientes de correlação entre queda de viscosidade e índice de expansão de M200 (a) e viscosidade a frio de P100 (b).	165
Figura 24 – Superfícies de resposta para a tendência à retrogradação dos extrusados expandidos das frações de milho dentado e duro.....	179
Figura 25 – Coeficientes de correlação entre tendência à retrogradação e índice de expansão de M500R (a) e força de compressão de M200 (b).	181

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 OBJETIVO.....	5
2.1 Geral.....	5
2.2 Específico	5
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	7
3.1 <i>Snacks</i>	7
3.2 Evolução dos <i>snacks</i>	8
3.3 Produção de milho.....	9
3.4 Composição e características do grão de milho	12
3.5 Dureza.....	15
3.6 Milho dentado e milho duro	15
3.7 Uso industrial do milho	17
3.8 Processo de extrusão e utilização do milho como matéria-prima.....	22
3.8.1 Tipos de extrusores	24
3.8.1.1 Extrusor mono-roscas	24
3.8.1.2 Extrusor dupla-roscas	26
3.8.2 Efeitos e alterações da composição química da matéria-prima durante o processo de extrusão	26
3.8.2.1 Carboidratos.....	27
3.8.2.1.1 Amido	27
3.8.2.1.2 Fibras	30
3.8.2.2 Lipídeos.....	30
3.8.2.3 Proteína.....	31
3.8.2.4 Vitaminas e minerais	32
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	35
4.1 Matéria-prima	35
4.2 Redução de granulometria	35
4.3 Extração do amido.....	36

4.4 Composição química das frações de milho	37
4.4.1 Umidade	37
4.4.2 Proteína bruta.....	37
4.4.3 Extrato etéreo	37
4.4.4 Cinzas	37
4.4.5 Carboidratos	38
4.4.6 Amilose.....	38
4.5 Características físicas e reológicas das frações.....	38
4.5.1 Granulometria das frações	38
4.5.2 Dureza das frações	38
4.5.3 Cor.....	39
4.5.4 Índice de absorção de água e índice de solubilidade em água das frações.....	39
4.5.5 Propriedades viscoamilográficas	40
4.6 Delineamento experimental	41
4.7 Procedimento experimental	42
4.8 Condicionamento das amostras	42
4.9 Extrusão das amostras	43
4.10 Avaliação do produto extrusado	44
4.10.1 Índice de expansão	44
4.10.2 Força de compressão	45
4.10.3 Índice de absorção de água e índice de solubilidade em água	45
4.10.4 Análise viscoamilográfica	45
4.11 Análise dos resultados	46
 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	 47
5.1 Matéria-prima	47
5.1.1 Composição química das frações.....	47
5.1.2 Granulometria das frações	49
5.1.3 Dureza das frações	51
5.1.4 Cor.....	52
5.1.5 Índice de absorção de água e índice de solubilidade em água das frações.....	55
5.1.6 Propriedades viscoamilográficas	57
5.2 Extrusados expandidos	62
5.2.1 Índice de expansão	62
5.2.1.1 Índice de expansão de M100	64
5.2.1.2 Índice de expansão de M200	65
5.2.1.3 Índice de expansão de M500	67

5.2.1.4 Índice de expansão de M500R.....	69
5.2.1.5 Índice de expansão de P100	70
5.2.1.6 Índice de expansão de P200	72
5.2.1.7 Índice de expansão de P300	73
5.2.1.8 Índice de expansão de P300R	74
5.2.1.9 Discussão do índice de expansão	78
5.2.2 Força de compressão.....	80
5.2.2.1 Força de compressão de M100.....	82
5.2.2.2 Força de compressão de M200.....	83
5.2.2.3 Força de compressão de M500.....	84
5.2.2.4 Força de compressão de M500R	86
5.2.2.5 Força de compressão de P100.....	87
5.2.2.6 Força de compressão de P200.....	89
5.2.2.7 Força de compressão de P300.....	90
5.2.2.8 Força de compressão de P300R	91
5.2.2.9 Discussão da força de compressão.....	94
5.2.3 Índice de absorção de água	97
5.2.3.1 Índice de absorção de água de M100	99
5.2.3.2 Índice de absorção de água de M200	100
5.2.3.3 Índice de absorção de água de M500	102
5.2.3.4 Índice de absorção de água de M500R.....	103
5.2.3.5 Índice de absorção de água de P100	103
5.2.3.6 Índice de absorção de água de P200	105
5.2.3.7 Índice de absorção de água de P300	106
5.2.3.8 Índice de absorção de água de P300R	107
5.2.3.9 Discussão do índice de absorção de água.....	109
5.2.4 Índice de solubilidade em água	112
5.2.4.1 Índice de solubilidade em água de M100	114
5.2.4.2 Índice de solubilidade em água de M200	115
5.2.4.3 Índice de solubilidade em água de M500	117
5.2.4.4 Índice de solubilidade em água de M500R.....	118
5.2.4.5 Índice de solubilidade em água de P100.....	119
5.2.4.6 Índice de solubilidade em água de P200.....	121
5.2.4.7 Índice de solubilidade em água de P300.....	122
5.2.4.8 Índice de solubilidade em água de P300R	123
5.2.4.9 Discussão do índice de solubilidade em água.....	126
5.2.5 Viscosidade a frio	128

5.2.5.1 Viscosidade a frio de M100	129
5.2.5.2 Viscosidade a frio de M200	130
5.2.5.3 Viscosidade a frio de M500	131
5.2.5.4 Viscosidade a frio de M500R.....	132
5.2.5.5 Viscosidade a frio de P100.....	134
5.2.5.6 Viscosidade a frio de P200.....	135
5.2.5.7 Viscosidade a frio de P300.....	136
5.2.5.8 Viscosidade a frio de P300R	136
5.2.5.9 Discussão da viscosidade a frio	139
5.2.6 Viscosidade a quente	141
5.2.6.1 Viscosidade a quente de M100	142
5.2.6.2 Viscosidade a quente de M200	143
5.2.6.3 Viscosidade a quente de M500	144
5.2.6.4 Viscosidade a quente de M500R.....	145
5.2.6.5 Viscosidade a quente de P100.....	145
5.2.6.6 Viscosidade a quente de P200.....	147
5.2.6.7 Viscosidade a quente de P300.....	148
5.2.6.8 Viscosidade a quente de P300R	148
5.2.6.9 Discussão da viscosidade a quente	149
5.2.7 Queda de viscosidade	152
5.2.7.1 Queda de viscosidade de M100	153
5.2.7.2 Queda de viscosidade de M200	154
5.2.7.3 Queda de viscosidade de M500	156
5.2.7.4 Queda de viscosidade de M500R.....	157
5.2.7.5 Queda de viscosidade de P100.....	158
5.2.7.6 Queda de viscosidade de P200.....	159
5.2.7.7 Queda de viscosidade de P300.....	160
5.2.7.8 Queda de viscosidade de P300R	160
5.2.7.9 Discussão da queda de viscosidade	164
5.2.8 Tendência à retrogradação	166
5.2.8.1 Tendência à retrogradação de M100.....	167
5.2.8.2 Tendência à retrogradação de M200.....	168
5.2.8.3 Tendência à retrogradação de M500.....	170
5.2.8.4 Tendência à retrogradação de M500R	171
5.2.8.5 Tendência à retrogradação de P100	173
5.2.8.6 Tendência à retrogradação de P200	174
5.2.8.7 Tendência à retrogradação de P300	175

5.2.8.8 Tendência à retrogradação de P300R.....	176
5.2.1.9 Discussão da tendência à retrogradação	180
6 CONCLUSÃO.....	183
7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	187
8 APÊNDICE	199
8.1 Apêndice I – Temperatura de pasta das frações e do amido e comportamento viscoamilográfico do amido de milho dentado e duro.....	199
8.2 Apêndice II – Análises de efeitos	200
8.3 Apêndice III – Análises de variância.....	214
8.4 Apêndice IV – Coeficientes de correlação de Pearson.....	221

1 INTRODUÇÃO

O consumo de alimentos de conveniência está crescendo cada vez mais e entre os mais consumidos estão os cereais matinais e os salgadinhos, também conhecidos como *snacks* ou extrusados expandidos. Estes produtos são obtidos através de um processo contínuo em que a matéria-prima é comprimida através de uma matriz, em condições de mistura, aquecimento, pressão e cisalhamento, denominado extrusão.

A matéria-prima utilizada normalmente é à base de amido ou produtos amiláceos, como farinha de milho ou de mandioca, sendo submetida à extrusão em baixas condições de umidade, para favorecer a expansão e a textura do produto final.

Por tratar-se de um sistema heterogêneo, a farinha ou *grits* de milho utilizado na extrusão apresenta comportamento não característico, pois vários fatores podem influenciar no processo, como composição química (teor de amido, razão amilose:amilopectina, proteínas, lipídeos) e características físicas (tamanho de partícula, dureza, fração solúvel e insolúvel) e características viscoamilográficas e térmicas.

A qualidade da matéria-prima utilizada é considerada como fator principal para a produção de extrusados expandidos. Mundialmente, a cultura do milho é a maior entre os cereais e, além disso, existem inúmeras variedades produzidas com características intrínsecas diferenciadas entre elas.

Um dos principais problemas encontrados na produção de farinha e *grits* de milho para a extrusão é a mistura que ocorre entre as variedades de milho

durante o transporte e a estocagem dos grãos antes do processamento. Aliado a isso, as diferentes frações obtidas durante a moagem seca do milho, devido à diferença na proporção entre endosperma vítreo e farináceo, apresentam características físico-químicas distintas que afetam o processo de extrusão e produção de extrusados expandidos.

As indústrias produtoras de extrusados expandidos normalmente utilizam extrusores mono-roscas por apresentarem menores custos para aquisição e manutenção, apresentando em geral, bom rendimento de produção. A matéria-prima, condicionada em umidades relativamente baixas, em torno de 14 a 20%, são submetidas à altas temperaturas (120 a 180°C, dependendo do extrusor empregado), altas pressões e alto grau de cisalhamento, resultando em uma massa de alta viscosidade que, quando empurrada contra a matriz, sofre expansão devido à diferença entre a pressão atmosférica e a pressão de vapor de água presente no sistema.

Durante o processo de extrusão ocorrem várias modificações com o material processado, como a gelatinização, degradação e dextrinização do amido, lixiviação da amilose, desnaturação de proteínas, desenvolvimento de agregados proteicos através da formação de ligações peptídicas, ligações dissulfeto e interações eletrostáticas. Na presença de lipídeos, pode ocorrer a diminuição da energia aplicada no sistema, reduzindo a qualidade do produto final e a formação de agregados insolúveis como, por exemplo, complexos entre amilose-lipídeo.

Todas as mudanças ocorridas com a matéria-prima durante o processo de extrusão influenciam na qualidade do produto final. Entre elas, as mais importantes são o índice de expansão (IE), a textura (dureza e crocância), o sabor e o aroma.

Vários fatores podem interferir no IE e na textura dos extrusados expandidos, como o grau de gelatinização e dextrinização do amido, formação de complexos e agregados, quantidade de água presente e temperaturas utilizadas durante o processamento. A influência desses fatores pode ser acompanhada

através de análises de absorção e solubilidade em água, comportamento viscoamilográfico, análises térmicas e de estrutura.

Vários estudos têm reportado a influência dos parâmetros de extrusão, como umidade de condicionamento, temperatura, velocidade de rosca, configuração de rosca e taxa de alimentação, sobre as características de extrusados expandidos, no entanto, poucos são os trabalhos que citam o comportamento de diferentes variedades de milho e das diferentes frações que são obtidas durante a moagem frente ao processo de extrusão.

O entendimento das alterações provocadas pelo uso de diferentes variedades de milho para obtenção de farinhas e *grits* utilizados no processo de produção de extrusados expandidos e a influência de características químicas e físicas destas, podem resultar em avanços para obtenção de produtos finais com garantia de qualidade e identidade.

2 OBJETIVO

2.1 Geral

Determinar a composição físico-química e reológica das frações de milho dentado e duro com diferentes granulometrias e avaliar a qualidade tecnológica dos respectivos extrusados expandidos produzidos por extrusor mono-rosca.

2.2 Específico

- Determinar a composição química e propriedades físicas e reológicas das frações do milho dentado e duro obtidas pelo sistema de moagem em moinho de martelo;
- Averiguar a influência da redução de granulometria da fração com maior tamanho de partícula sobre as características tecnológicas dos extrusados expandidos;
- Avaliar a influência das diferentes frações de milho utilizando a umidade de condicionamento e temperatura da matriz do extrusor como variáveis independentes na produção de extrusados expandidos;
- Analisar a influência da composição físico-química e reológica das frações na qualidade dos extrusados expandidos;
- Avaliar as características físicas e reológicas nos extrusados expandidos.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

De acordo com a ABIA – Associação Brasileira das Indústrias da Alimentação (2008), o beneficiamento e processamento de cereais passou a ocupar a segunda posição entre os principais setores de produtos alimentícios, superado apenas pelos produtos de derivados de carnes.

Entre os cereais, o milho é utilizado principalmente para a alimentação animal e humana e mais recentemente, na produção de biocombustível, o etanol. Na indústria de alimentos utiliza-se o milho na panificação, produção de extrusados expandidos, adjunto na indústria cervejeira, produção de cereais matinais e de *corn flakes* e na obtenção de amido, maltodextrinas e glicose (ORTHOEFER e EASTMAN, 2004).

3.1 *Snacks*

A produção industrial dos alimentos de conveniência teve início em meados do século XIX com a batata *chips* (McCARTHY, 2001). Atualmente tem-se outros tipos sendo comercializados como *tortilla*, extrusados expandidos, *pretzels*, pipocas, *crackers*, barra de cereais, *cookies*, biscoitos, bolachas recheadas, amendoins, nozes entre outros (SFA, 2008).

A produção de extrusados expandidos é baseada na expansão direta do produto final na matriz do extrusor. A estrutura destes produtos depende, principalmente, do grau de gelatinização do amido e da subsequente expansão pelo vapor de água oriunda da queda de pressão na saída do material pela matriz (SNACKS, 2008).

A aceitabilidade de um produto expandido está relacionada à fatores sensoriais como: textura, aparência e sabor; sendo a textura considerada o fator de maior significância e de grande importância na comercialização de extrusados e, dentre os parâmetros que a compõem, a crocância é a característica mais importante, sendo influenciada pelas condições de extrusão de cada unidade e da umidade do produto final (BOOTH, 1990; SNACKS, 2008).

A produção de extrusados expandidos normalmente ocorre com o uso de farinhas ou *grits* de milho e os parâmetros utilizados durante o processo requerem alterações para se tornarem efetivos. A dureza do endosperma afeta a absorção de água das partículas, o tempo e a energia necessária para que ocorra a gelatinização e a fusão do amido e de outros componentes da matéria-prima dentro do extrusor. Além disso, outros componentes presentes, como proteínas, tendem a competir pela água afetando significativamente as propriedades de cozimento. Os lipídeos retardam a hidratação e o inchamento das partículas presentes além de atuarem como lubrificantes, reduzindo a energia aplicada ao sistema (HUANG e ROONEY, 2001).

3.2 Evolução dos *snacks*

A indústria de produção de *snacks* evoluiu rapidamente. Segundo Huber e Rokey (1990), essa evolução pode ser dividida em três gerações:

A primeira geração de *snacks* é conhecida pelo processamento de grãos inteiros combinados com umidade, temperatura de cozimento e secagem (HUBER e ROKEY, 1990).

Os extrusados expandidos encontram-se dentro da segunda geração que tem por característica a combinação de diferentes matérias-primas em seu processamento. São utilizadas farinhas e/ou amidos de cereais ou tubérculos e proteínas. Estas matérias-primas são processadas em extrusores (mono-rosca ou dupla-rosca) com o objetivo de promover o cozimento da massa e, após

formatados, os extrusados expandidos são secos, saborizados, aromatizados e armazenados (HUBER e ROKEY, 1990).

Semelhantes aos *snacks* de segunda geração devido ao processo de fabricação, os *snacks* de terceira geração, também conhecidos como *pellets* ou *halfproducts*, apresentam o formato da matriz utilizada após cozimento em extrusores, ou seja, não sofrem expansão logo após a extrusão, apresentando forma densa, sólida, estável e de fácil transporte e estocagem. Normalmente a expansão ocorre em etapa posterior através de aplicação de calor por fritura ou ar quente (HUBER e ROKEY, 1990; RIAZ, 2000).

3.3 Produção de milho

A produção de milho (*Zea mays* L.) ocupa a primeira posição em escala mundial dentre os cereais, seguido pelo trigo e o arroz. Segundo a USDA - *United States Department of Agriculture* (2008), a estimativa de produção para a safra 2008/2009 (Tabela 1) é de aproximadamente 781 milhões de toneladas. Entre os maiores produtores estão os Estados Unidos, China e Brasil, responsáveis pela produção de 39,08, 19,97 e 7,04% do total, respectivamente.

Tabela 1 – Produção mundial de milho e principais países produtores durante o período de 2004 a 2009, em milhões de toneladas¹

PAÍS	SAFRA				
	2004/2005	2005/2006	2006/2007	2007/2008	2008/2009 ²
Estados Unidos	299,91	282,31	267,60	332,09	305,32
China	130,29	139,37	151,60	152,30	156,00
Brasil	35,00	41,70	51,00	58,60	55,00
Outros	250,57	235,79	242,24	248,97	265,04
Total mundial	715,77	699,17	712,44	791,96	781,36

1 - Adaptado de USDA (2008);

2 - Estimativa de produção.

Segundo o IBGE (2008), a estimativa para a safra nacional 2008/2009 de cereais, leguminosas e oleaginosas é de 133,10 milhões de toneladas, sendo que as principais culturas responsáveis por este índice são a soja (41,20%) e o milho (40,30%), este último com produção de 52,83 milhões de toneladas, sendo um pouco inferior à estimativa apresentada pela USDA. A safra atual de milho apresenta-se semelhante à safra de 2007, apresentada na Figura 1.

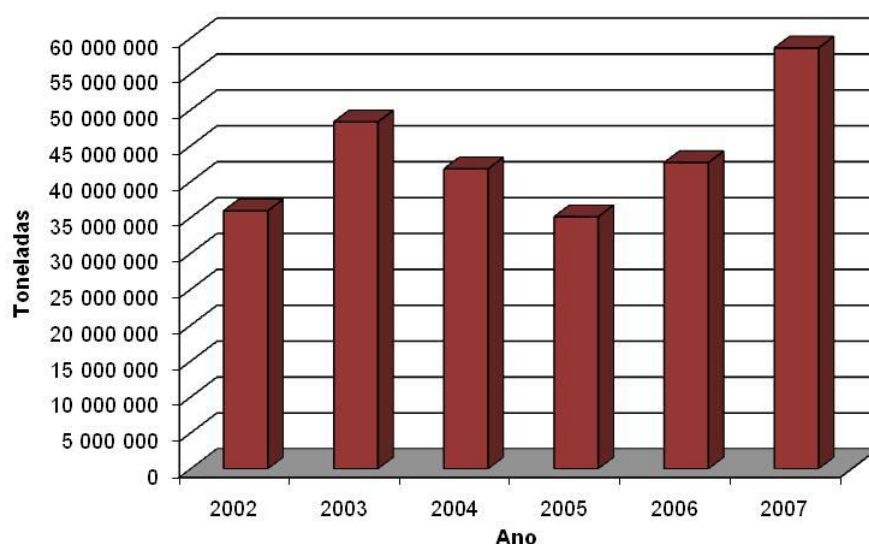


Figura 1 – Produção brasileira de milho em grãos (ton);
Fonte: Adaptado de IBGE (2007) e CONAB (2008).

A Região Sul é a maior produtora nacional (Tabela 2), responsável por 46,38% da produção, sendo que o Estado do Paraná apresentou produção de 11,24 milhões de toneladas de grãos de milho em 2007 (IBGE, 2007). No entanto, de toda a produção brasileira, somente em torno de 13% é utilizado pela indústria de alimentos, sendo a maior parte utilizada para alimentação animal.

Tabela 2 – Produção brasileira de grãos de milho (milhões de toneladas) no período de 2004 a 2009¹

REGIÕES	ANO				
	2004/2005	2005/2006	2006/2007	2007/2008	2008/2009 ²
Sul	17,57	12,75	18,65	24,04	24,78
Centro-Oeste	9,49	7,86	10,10	13,49	16,88
Sudeste	10,75	10,49	9,63	10,10	11,42
Nordeste	2,90	2,93	3,17	3,16	4,40
Norte	1,07	1,08	1,10	1,06	1,26

1 - Adaptado de IBGE (2007 e 2008);

2 - Estimativa de produção.

A Portaria N° 845, de 08 de novembro de 1976, do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento – MAPA (1976), prevê a avaliação de parâmetros como pureza do grão, peso hectolitro, presença de sujidades e impurezas e grãos avariados como fatores que indicam a qualidade do milho para transações comerciais, porém, para âmbito industrial, existem outros fatores que determinam a qualidade deste cereal. Conforme Ascheri e Nascimento (2002), é cada vez mais comum as indústrias efetuarem o pagamento pela matéria-prima baseadas em características específicas como milho de alta qualidade para o gado promovendo ganhos máximos de peso e de produção de leite, com alto teor de amido no endosperma para a indústria de extração de amido, ou alto teor de lipídeos no gérmen para a extração de óleo comestível.

Robutti et al. (2002) citam que diferentes cultivares apresentam atributos específicos fortemente associados com a composição química e física do grão. Esta diferença entre variedades pode colaborar com a escolha de determinada cultivar para aplicação num produto específico, como é o caso da produção de extrusados expandidos. Além disso, a disponibilidade da variedade escolhida também se apresenta como fator determinante.

Considerando a textura do grão de milho, as cultivares que apresentam maior área plantada no Brasil para a safra 2008/2009 são os grãos semi-duros (53,90%), duros (28,40%) e dentados (5,90%), conforme exposto por Cruz e Pereira Filho (2008).

3.4 Composição e características do grão de milho

O grão de milho, comumente utilizado para a produção de farinha e *grits* para uso na extrusão, é composto por quatro partes principais (Figura 2): o pericarpo, o gérmen, o endosperma e o pedúnculo. O endosperma do grão de milho é rico em carboidratos, destacando-se o amido, e dividido em duas partes, o endosperma vítreo ou córneo (*hard or vitreous endosperm*) e o endosperma farináceo (*soft or floury endosperm*) (POMERANZ, 1987; WATSON, 1987b; HOSENEY, 1998; JOHNSON, 2000; DARRAH et al., 2007).

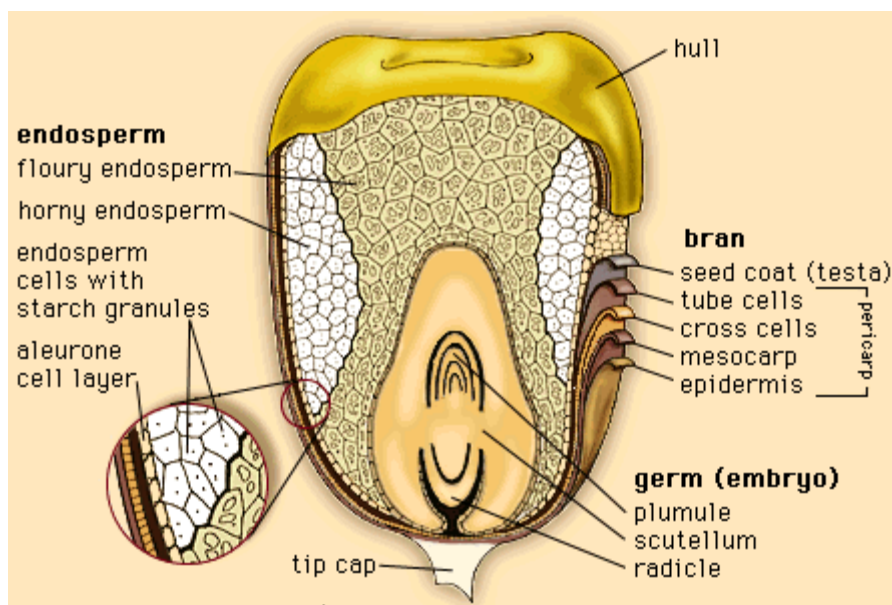


Figura 2 – Estrutura do grão de milho;
Fonte: Corn (2008).

Conforme Watson (1987a), para o milho normal, o gérmen representa em média 11% do peso do grão, em base seca, sendo composto por lipídeos, vitaminas e proteínas. No gérmen ficam armazenadas as enzimas fisiológicas responsáveis pela germinação do grão. O pericarpo, composto principalmente pelas fibras, contribui entre 5-6% do peso do grão seco. Com 82-84% em base seca, o endosperma é composto principalmente por amido e proteínas.

Dos componentes presentes no milho (Tabela 3), o amido é a maior reserva de energia dos vegetais sendo composto por dois polímeros: a amilose e a amilopectina. O grânulo de amido é formado dentro do amiloplasto. Normalmente, apresenta forma cilíndrica com aproximadamente 25µm de diâmetro, mas adquire forma poligonal quando é empacotado no endosperma vítreo do milho (BOYER e SHANNON, 1987; POMERANZ, 1987; HOSENEY, 1998; DARRAH et al., 2007).

Tabela 3 – Composição média de grãos de milho tipo dentado, percentual em base seca¹

Fração	Amido	Gordura	Proteína	Cinzas	Carboidratos ²
Grão inteiro	73,40	4,40	9,10	1,40	85,10
Endosperma	87,60	0,80	8,00	0,30	90,92
Gérmen	8,30	33,20	18,40	10,50	27,90
Pericárpio	7,30	1,00	3,70	0,80	94,34

1 - Adaptado de WATSON (1987a), p.61;

2 - Inclui a fração amido.

No milho normal, a amilose representa cerca de 25 a 30% do amido, sendo formada por uma estrutura essencialmente linear por ligações α 1-4 entre unidades de D-glicose e tem um peso molecular de aproximadamente 10^6 Da. A amilopectina representa entre 70 a 75% do amido, sendo composta por estruturas lineares (ligações α 1-4) e ramificadas (ligações α 1-6) com peso molecular de aproximadamente 10^8 Da (BOYER e SHANNON, 1987; SHELTON e LEE, 2000).

Dentre as propriedades físico-químicas e reológicas do amido, os aspectos mais importantes são: morfologia do grânulo, conteúdo de amilose, cristalinidade, temperatura de gelatinização, retrogradação e digestibilidade (BOYER e SHANNON, 1987; WHITE e TZIOTIS, 2004). Além disso, este polissacarídeo é responsável pela textura, aparência, sabor, IE e densidade específica de extrusados expandidos (HUBER, 2001). Lu et al. (1996) verificaram que quanto maior a temperatura da região onde o milho é produzido, maior será a temperatura de gelatinização deste amido. Isto ocorre porque em regiões mais quentes as cadeias de amilose são menores e as de amilopectina maiores.

A proteína total encontrada no endosperma apresenta como principal fração a zeína, uma proteína solúvel em álcool, classificada como prolamina. A zeína é uma proteína de reserva encontrada no endosperma e está dividida em quatro subclasses: α -zeína, β -zeína, γ -zeína e δ -zeína (PAIVA et al., 1991; BATTERMAN-AZCONA, 1999; LEE et al., 2006).

A α -zeína é encontrada no centro da matriz proteica e é rica em aminoácidos hidrofóbicos como glutamina e leucina, a β -zeína apresenta grandes quantidades de metionina e a γ -zeína é rica em prolina. Ambas as frações de zeína (β e γ) são encontradas na camada periférica da matriz proteica do endosperma e ricas em cisteína (BATTERMAN-AZCONA, 1999; ROBUTTI et al., 2002).

O endosperma vítreo é caracterizado pela presença de uma matriz proteica que envolve o grânulo de amido, fazendo com que adquira uma estrutura poliédrica, translúcida e compacta (ROONEY et al., 2004). Isto resulta em maior dureza, aumentando a resistência à quebra durante a colheita, armazenamento e processamento (MESTRES et al., 1991; PEREIRA, 2006).

3.5 Dureza

A dureza (*hardness*) do milho é considerada uma das propriedades intrínsecas mais importantes para a moagem, rendimento e produção de alimentos, tanto para moagem via úmida como para via seca (WATSON, 1987b). Existem várias características do endosperma que podem ser avaliadas para determinar a dureza dos grãos de milho. Uma boa medida de dureza do grão de milho é obtida numa relação direta com a densidade, a composição e a estrutura dos grãos (ROONEY et al., 2004; NGONYAMO-MAJEE, et al., 2008).

A dureza é determinada por dois componentes bioquímicos encontrados no endosperma, a proteína e o amido, sendo que a quantidade e orientação da amilose e amilopectina e a matriz proteica que envolve o grânulo de amido são os principais (LEE et al., 2006). Durante o amadurecimento do grão, a matriz proteica encontrada no endosperma vítreo forma-se devido à desidratação, provocando contração sobre o amido (WATSON, 1987a).

O endosperma vítreo possui um pouco mais de proteína em relação ao farináceo, mas o teor de zeína é bem maior, cerca de 1,5 a 2,0% do teor proteico (WATSON, 1987b; LEE et al., 2006). As propriedades mecânicas do milho dependem da vitriosidade do grão, sendo consequência do tipo do milho e das condições de cultivo (MONREDON et al., 1996).

3.6 Milho dentado e milho duro

A principal diferença entre o milho dentado (*dent*) e o duro (*flint*) é a proporção de endosperma vítreo e farináceo (Figura 3). O milho dentado, da variedade *indentata*, possui maior proporção de endosperma farináceo, sendo mais utilizado para a moagem úmida.

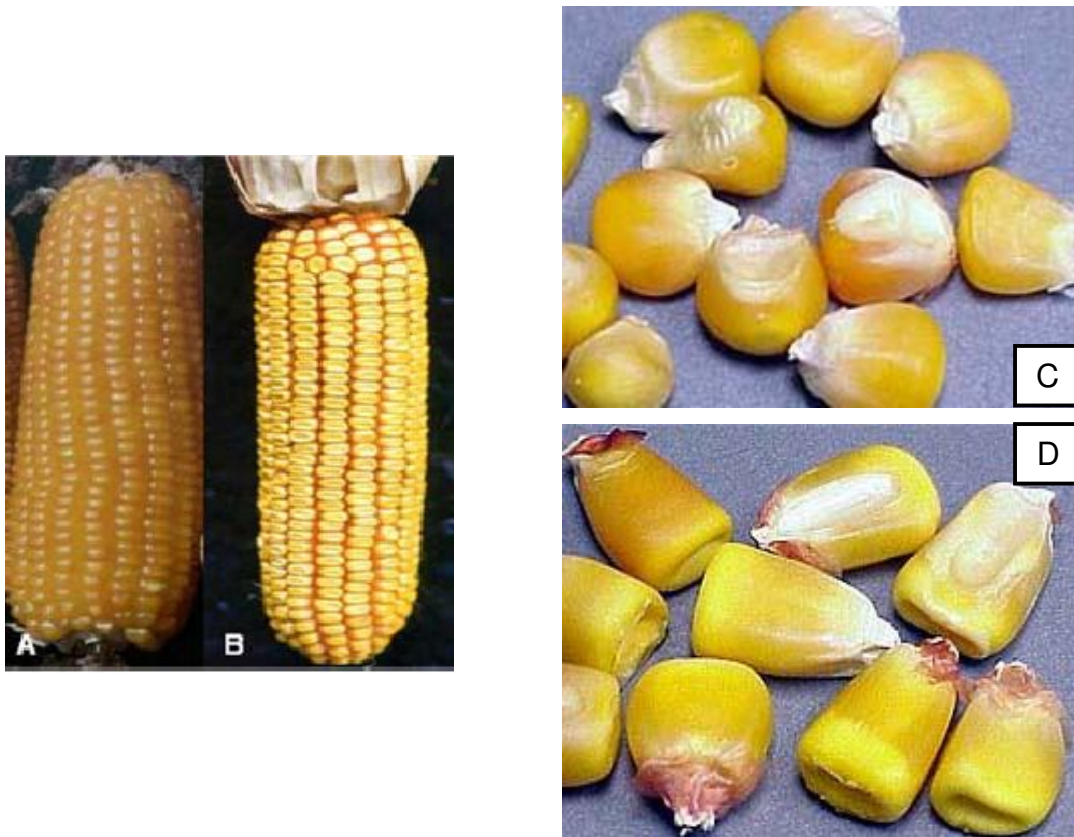


Figura 3 – Milho duro (A) e milho dentado (B) em espiga e milho duro (C) e milho dentado (D) em grãos;

Fonte: KRIVANEK et al. (2007).

O endosperma vítreo do grão de milho dentado encontra-se mais nas laterais e na parte posterior (ZUBER e DARRAH, 1987; MONREDON et al., 1996) enquanto que a parte superior do grão apresenta colapso característico de indentação. A indentação ocorre durante a secagem do grão e o amadurecimento. Quanto maior a depressão na parte superior do grão de milho, maior é a fração de endosperma farináceo (DARRAH et al., 2007).

O milho duro, da variedade *indurata*, apresenta maior quantidade de endosperma vítreo, por isso é mais utilizado para moagem seca (MONREDON et al., 1996). O grão possui formato mais curto, arredondado e liso que o milho dentado, e o endosperma vítreo está envolto sobre o farináceo (ZUBER e DARRAH, 1987).

3.7 Uso industrial do milho

A qualidade tecnológica do milho é determinada pelas características dos grãos e possibilita o melhor processamento nas diferentes etapas da cadeia industrial. Na indústria da moagem via seca deve ocorrer boa degerminação e remoção do pericarpo para obter altos rendimentos. Esta canjica permitirá a obtenção de derivados de maior qualidade tecnológica, principalmente para a produção de extrusados expandidos com alto IE e ótimas propriedades de textura (ASCHERI, 2007).

Contudo, o milho ideal seria aquele que combina as propriedades que permitem a fácil remoção do pericarpo e proporção de estrutura cristalina e amorfa do amido de tal forma que forneça o máximo de rendimento (ASCHERI, 2007).

Um dos principais problemas encontrados atualmente pelas indústrias que utilizam o milho como matéria-prima para extrusão é a mistura de diversas variedades de milho durante a estocagem e armazenamento do grão. Segundo Ascheri (2007), ao processamento industrial seria notória a vantagem da separação de variedades e/ou híbridos de forma a padronizar a qualidade da matéria-prima. A variação dos grãos em uma mesma espiga provoca diferenças no formato, tamanho e composição, que aliado às misturas de diferentes variedades afetam as propriedades tecnológicas deste cereal. Para o processo da extrusão, quanto maior for a uniformidade das partículas da matéria-prima e maior a dureza da fração utilizada devido à estrutura formada entre a proteína e o amido, melhor ocorrerá o processo, favorecendo a qualidade dos extrusados expandidos, resultando num produto final de melhor textura e palatabilidade. Devido a essa importância da qualidade do milho para a indústria de alimentos, tem-se a necessidade de criar empresas fornecedoras de grãos certificados para usos específicos.

Considerando o uso industrial do milho na área de alimentos, normalmente é necessária a redução do tamanho do grão. Como exemplo disso tem-se a moagem via úmida e via seca do milho, no entanto, estas se diferenciam

pelo produto resultante de cada processo de moagem. Na moagem via úmida ocorre a separação dos componentes e obtenção de amido, proteínas, fibras e gérmen. Com a moagem via seca (Figura 4), diferentes frações granulométricas são obtidas, como canjição, canjica, *grits*, fubá, farinha de milho, creme de milho, óleo extraído do gérmen e fibras (SERNA-SALDIVAR e ROONEY, 1987; HOSENEY, 1998; ORTHOEFER e EASTMAN, 2004).

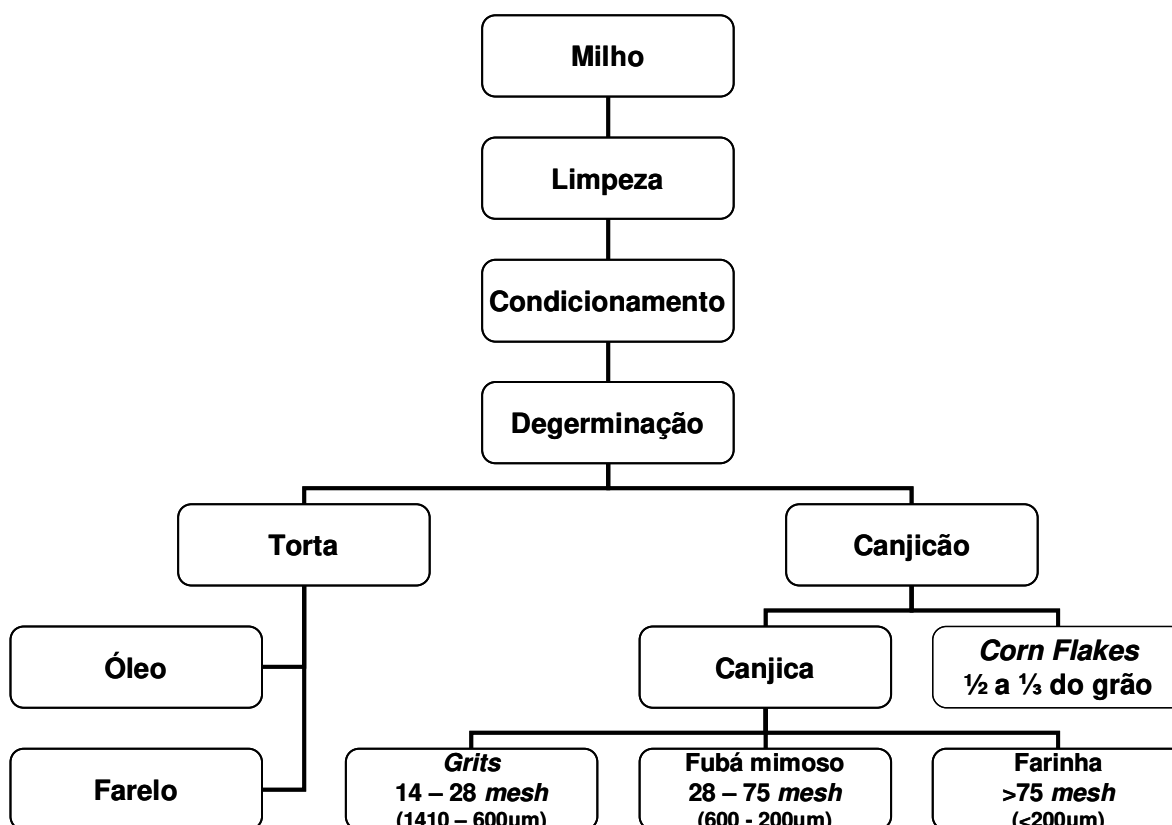


Figura 4 – Fluxograma de moagem seca de milho;

Fonte: Adaptado de ALEXANDER (1987), p.354.

Os produtos à base de cereais necessitam de matérias-primas de granulometria adequada. Por exemplo, milho para a produção de flocos de milho requer que a partícula do endosperma tenha ½ ou ⅓ do tamanho original do grão, após degerminação e remoção do farelo (ALEXANDER, 1987; SERNA-SALDIVAR e ROONEY, 1987). Produtos à base de cereais obtidos por expansão através da

extrusão requerem matéria-prima com menores granulometrias (JAMIM e FLORES, 1998). Quanto menor a partícula, maior estabilidade terá a célula gasosa de se expandir antes do rompimento (GUY, 2001b).

Na moagem via seca, a indústria prefere utilizar moinhos de martelo, pois permite moagens mais finas e homogêneas em relação aos moinhos de rolos. No entanto, as características dos moinhos de martelo podem influenciar na granulometria do milho processado devido à grande variação existente entre estes moinhos, como por exemplo, a potência do motor, o número de martelos, a vazão da moagem, o teor de umidade do grão e o desgaste do moinho (POZZA et al., 2005).

O rendimento das frações do grão é uma característica muito importante na indústria de moagem de milho, mas não mais importante do que a forma e o tamanho das partículas, influenciadas basicamente pela dureza do grão (POMERANZ et al., 1996). As frações obtidas pela moagem seca variam em composição química e características físicas, por serem oriundas de diferentes partes do grão, conforme Figura 5.

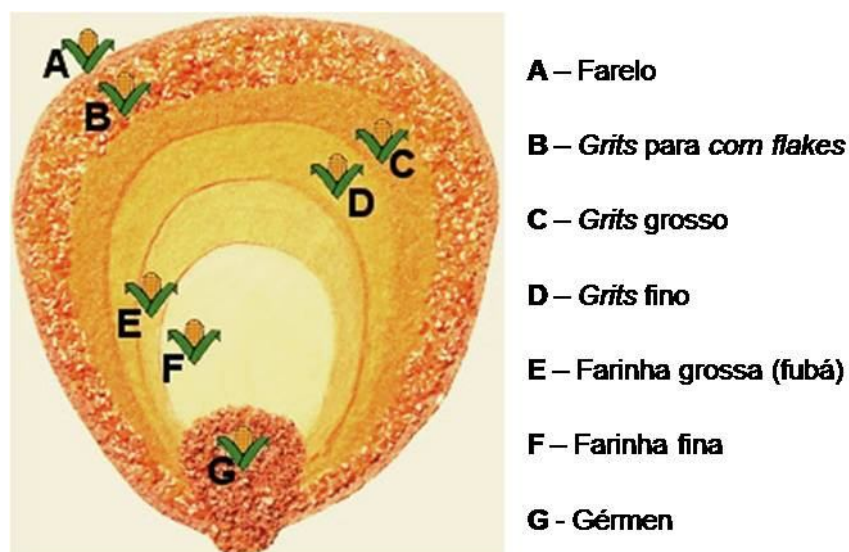


Figura 5 – Localização de diferentes frações obtidas durante moagem via seca;

Fonte: Adaptado de AARCHIT (2008).

A diferença entre as frações baseia-se principalmente na proporção de endosperma vítreo e farináceo. Quanto maior for o teor de endosperma vítreo do grão de milho, maior será o rendimento de *grits* durante o processo de moagem (ROONEY et al., 2004; WATSON, 2003).

Devido à matriz proteica apresentar maior resistência no endosperma vítreo, é necessária maior energia para a moagem do grão. No endosperma farináceo, a matriz proteica apresenta menor resistência, e com a moagem tende a romper-se dos grânulos de amido presente, resultando em frações com menor densidade, que proporcionam menores graus de cisalhamento durante o processo de extrusão (ALEXANDER, 1987; ROONEY e SUHENDRO, 2001; DUESING et al., 2007).

Em estudo realizado sobre o rendimento de diferentes frações de milho tipo dentado e duro através de moagem via seca em moinho de rolo corrugado, Monredon et al. (1996) verificaram que as frações de *grits* (<2500 e >750µm) apresentaram menor rendimento no milho dentado (60-66%) em relação ao milho duro (72-74%).

Huber e Rokey (1990) e Strahm (2000) destacam a granulometria das matérias-primas utilizadas na fabricação de extrusados expandidos como sendo um fator de grande importância na determinação da textura do produto final. Matérias-primas com menor granulometria resultaram em produtos com textura mais macia, enquanto que uma granulometria mais grosseira resultou em maior crocância (GUJRAL et al., 2001).

Se a granulometria for variada ocorre uma hidratação maior pelas partículas menores e isto pode resultar num produto final com diferente grau de cocção (ZHANG e HOSENEY, 1998; HUBER, 2001; ASCHERI, 2007).

Avaliando 16 cultivares de milho no processo de moagem a seco e produção de *grits* retidos em peneira de 20 *mesh*, Gonçalves et al. (2003), após degerminação e moagem em moinho de rolo corrugado (Modelo Tecmolín) com

distância de rolos de 30 μ m, verificaram que quanto maior a fração de endosperma vítreo, maior é o rendimento final de *grits*.

Considerando a redução de tamanho e a separação de diferentes frações da moagem seca de milho normal (*grits*, fubá e farinha de milho), Jamim e Flores (1998) avaliaram algumas propriedades do produto extrusado em extrusor mono-rosca (PL 2000, Plasti-Corder C. W. Brabender) com baixa velocidade de rosca e verificaram que a separação das frações e a redução de tamanho do *grits* promove um aumento no grau de expansão, redução na densidade específica e acréscimo no índice de solubilidade em água (ISA), porém, não ocorreu diferença no índice de absorção de água (IAA). Os mesmos autores utilizaram 3 programas diferentes de temperaturas de extrusão nas 3 zonas do extrusor: extrusão à baixa temperatura (100 – 110 – 120°C); extrusão à média temperatura (110 – 120 – 130°C); e extrusão à alta temperatura (120 – 130 – 140°C) na 1ª, 2ª e 3ª zona de extrusão, respectivamente, e concluíram que a extrusão à alta temperatura, aliada à redução de tamanho do *grits*, resultou num produto final com melhores características de IE e densidade específica. Sendo assim, afirmaram que quanto maior a energia aplicada durante o processo de extrusão, maior será a gelatinização do amido causando maior expansão do produto final.

Verificando o comportamento de *grits* de milho duro e doce no processo de extrusão, Gujral et al. (2001) concluíram que a pressão na matriz diminuiu com o aumento da umidade e da temperatura de extrusão, mas aumentou com o aumento da velocidade da rosca, sendo que o milho duro apresentou menor pressão na matriz em relação ao milho doce. Os autores atribuem o fato ao tamanho irregular das partículas, o que acarretou em absorção de água irregular durante o condicionamento da amostra. Quando avaliaram o ISA, verificaram que o resultado para o milho doce foi maior, concluindo que ocorreu fragmentação do amido durante o processo.

3.8 Processo de extrusão e utilização do milho como matéria-prima

A principal diferença entre a extrusão e os outros métodos de processamento é a transformação ocorrida com a matéria-prima. Durante o processo de extrusão ocorre um superaquecimento à alta pressão formando um sistema fluido que, ao passar pela matriz, sofre expansão provocada pela queda da pressão de vapor de água. Produtos extrusados expandidos normalmente são obtidos de biopolímeros como amido e proteínas, no entanto, conforme aumenta o teor proteico do material, necessita-se de maior umidade da matéria-prima a ser extrusada devido à hidrofiliabilidade de determinadas proteínas, fazendo com que estas retenham o vapor de água, reduzindo a expansão do produto final (GUY, 2001b; HUBER, 2001).

A extrusão é um processo que combina várias operações unitárias incluindo mistura, condicionamento, transporte, homogeneização, cozimento, remoção de umidade, desgaseificação, estabilização enzimática, texturização, encapsulação, pasteurização, esterilização e formatação. Normalmente, o material polimérico (amido ou proteínas, combinados com outras substâncias ou não) é submetido à combinação de umidade, pressão, temperatura e força de cisalhamento (EL-DASH, 1981; MERCIER et al., 1998; FELLOWS, 2000; GUY, 2001a).

O extrusor consiste em um sistema de alimentação, cilindro de pré-condicionamento, canhão com a rosca (normalmente apresenta sistema de aquecimento), matriz e sistema de corte (RIAZ, 2000).

O sistema de alimentação deve ser ininterrupto e constante, pois é essencial para o funcionamento do extrusor e para a homogeneidade e qualidade dos extrusados. A rosca é provavelmente a parte mais importante do sistema, pois é responsável pelo grau de cisalhamento, de cozimento e de gelatinização do amido, além de interferir no produto final. O canhão do extrusor, dentro do qual gira a rosca, normalmente apresenta ranhuras internas para aumentar o grau de cisalhamento do material a ser processado, essas ranhuras podem ser paralelas

ao fluxo do material ou em espiral. Ranhuras em espiral aumentam ainda mais o grau de cisalhamento do material. A matriz apresenta basicamente duas funções: moldar o produto à forma desejada e impor restrição ao fluxo do material objetivando o aumento da pressão dentro do extrusor (EL-DASH, 1981).

A força de cisalhamento pode ser altamente influenciada pela razão entre o comprimento e diâmetro do cilindro (L/D – *length/diameter*). Para cilindros com L/D inferiores a 10 ocorre alto cisalhamento, característica desejada na produção de extrusados, pois provoca cisalhamento suficiente menor tempo de residência do material, favorecendo o cisalhamento. A vitriosidade do material a ser extrusado também possui forte influência nas características finais do produto, pois favorece maior atrito dentro do extrusor (FELLOWS, 2000).

Durante o processo de extrusão, devido às altas temperaturas e ao cisalhamento, ocorre a transformação física do material polimérico em fluido viscoelástico, que logo após transpor a matriz, sofre expansão pela vaporização da água devido à diferença de pressão (KALETUNÇ e BRESLAUER, 2003), no entanto, existem valores críticos para o teor de água das amostras.

Segundo Riaz (2000), Guy (2001a) e Huber (2001), as maiores vantagens de utilização do processo de extrusão na indústria são:

- a) Versatilidade → permite o uso de diversos tipos de matérias-primas, condições de operação e matriz, permitindo o desenvolvimento de novos produtos, agregando valor;
- b) Custo → baixo custo de produção quando comparado à alta produtividade da qual é capaz;
- c) Produtividade → processo contínuo com alto desempenho e totalmente automatizado;
- d) Qualidade do produto → por ser considerado um processo HTST (*High Temperature Short Time*) preserva os componentes sensíveis às altas temperaturas, aumenta a digestibilidade de proteínas e amidos, além

disso, ainda pode inativar fatores antinutricionais (inibidor de tripsina, por exemplo), enzimas (lipase e lipoxigenase) e microrganismos;

- e) Processo “amigo” da natureza → quando utilizado para alimentos, não produz efluentes, reduzindo custos e evitando a poluição ambiental.

3.8.1 Tipos de extrusores

Os extrusores utilizados na produção de extrusados expandidos são o mono-rosca e o dupla-rosca, sendo o primeiro o mais utilizado. Porém, não existe o melhor extrusor ou a melhor configuração, muitos fatores influenciam no processo de extrusão e devem ser considerados para que se obtenha um produto final de boa qualidade (EL-DASH, 1981; HUBER, 2001).

O tipo de extrusor certamente afeta as alterações físicas e químicas e no arranjo macromolecular da matéria-prima durante o processo (LEE et al., 2006). Extrusores com roscas mais longas apresentam maior L/D e, conseqüentemente, maior tempo de residência. Quando a rosca é menor, além de menor tempo de residência, também necessita-se menor quantidade de matéria-prima, sendo ideais para estudos preliminares (CAMIRE, 2000).

3.8.1.1 Extrusor mono-rosca

Do ponto de vista termodinâmico, os extrusores mono-rosca podem ser classificados em autógenos (adiabáticos), isotérmicos (temperatura constante) ou politrópicos (o aquecimento ocorre pela força de cisalhamento aliado a um sistema de aquecimento) (RIAZ, 2000; HUBER, 2001).

Na etapa da extrusão, propriamente dita, temos 3 zonas, sendo a primeira zona de mistura e transporte, a segunda zona de alto cisalhamento e cozimento e a última, zona de alta pressão (FELLOWS, 2000).

Dependendo da configuração da rosca, temos rosca de peça única ou rosca de múltiplas peças. Roscas de peça única podem apresentar diferentes

configurações: rosca com profundidade e passo constante – *straight* –, rosca com passo constante e profundidade variável – *tapered* – (tornando-se cônica da extremidade da alimentação até a extremidade oposta), rosca com diminuição de profundidade logo após a alimentação e tornando-se constante no final – *tapered-straight* – e rosca com aberturas no passo – *interrupted flight* – para aumentar a taxa de cisalhamento devido ao fluxo inverso do material (EL-DASH, 1981).

A rosca de múltiplas peças pode ser montada na configuração desejada devido ao grande número de formas possíveis variando-se o passo e a profundidade da rosca. Normalmente, esse tipo de rosca está dividida em cinco seções, onde a primeira seção apresenta passo largo e alta profundidade com o objetivo de misturar e transportar o material. Na segunda seção, também conhecida como seção intermediária, ocorre diminuição no passo e na profundidade da rosca, resultando numa mistura ainda maior do material e início do cisalhamento, enquanto o material é transportado para a seção seguinte. A terceira seção é responsável por aumentar o cisalhamento e a pressão fazendo com que o material sofra modificação, passando para o estado viscoelástico. O aumento da taxa de cisalhamento na terceira seção pode ser atingida com interrupções no passo da rosca favorecendo o turbilhamento do material. Na quarta seção, devido ao pequeno espaço físico disponível ao material, ocorre alto grau de cisalhamento e aumento da temperatura da massa, resultando no cozimento do produto. Na última seção, devido à redução ainda maior do passo e da profundidade da rosca, o cisalhamento e a geração de calor promovem o cozimento final do produto (EL-DASH, 1981).

As condições de extrusores que utilizam mono-rosca de múltiplas peças podem ser controladas variando-se o número de seções, a configuração da rosca em cada seção e a inclusão de anéis bloqueadores de fluxo (*shear locks*), flexibilizando as condições de processamento (EL-DASH, 1981).

3.8.1.2 Extrusor dupla-rosca

As roscas do extrusor dupla-rosca giram dentro de um único canhão. Dependendo da posição da rosca e da direção de rotação, são possíveis quatro tipos de configurações: roscas encaixadas (*intermeshing*), roscas livres (*non-intermeshing*), onde cada uma pode apresentar rotação no mesmo sentido (co-rotação) ou em sentidos opostos (contra-rotação). Apesar das roscas que operam com encaixe resultarem em maior tempo de residência do material, as roscas sem encaixe provocam maior grau de cisalhamento, principalmente quando giram em sentidos opostos. No entanto, este tipo de extrusor é pouco utilizado para indústria de alimentos apesar de apresentar propriedade de deslocamento com maior eficiência (EL-DASH, 1981).

3.8.2 Efeitos e alterações da composição química da matéria-prima durante o processo de extrusão

Durante o processo de extrusão, o material sólido com baixa umidade é transformado num fluido de alta viscosidade. No entanto, quando o material trata-se de uma mistura complexa, como no caso de farinhas, algumas alterações ocorrem durante o processo, destacando-se a clivagem das moléculas, perda da estrutura e composição inicial do endosperma, degradação térmica, polimerização de fragmentos e complexação de moléculas. No entanto, alguns componentes podem não sofrer degradação e permanecerem como partículas dentro da fase dispersa. A falta de homogeneidade torna difícil o entendimento reológico durante a fusão do material polimérico (MITCHEL e AREAS, 1992; BATTERMAN-AZCONA, 1999; CAMIRE, 2000; ROBUTTI, 2002; LEE et al., 2006).

3.8.2.1 Carboidratos

3.8.2.1.1 Amido

Durante o processo de extrusão ocorre a gelatinização parcial ou total da partícula de amido em presença de água, aquecimento e tempo de retenção dentro do extrusor. Se a granulometria for variada ocorre uma absorção maior de água pelas partículas menores, podendo resultar num produto final com diferente grau de cocção (HUBER, 2001; ASCHIERI, 2007). O amido sofre mudanças durante o processo devido ao inchamento do grânulo, perda da cristalinidade e birrefringência, acarretando no aumento da viscosidade e solubilização da amilose (HUBER, 2001).

A desorganização da estrutura cristalina e a perda da integridade do grânulo de amido ocorrem em função da compressão e transformação do material num fluido de alta viscosidade, cisalhamento e aquecimento, promovendo a perda da cristalinidade, despolimerização molecular e danificação do amido, resultando numa massa amorfa (MITCHEL e AREAS, 1992, HARPER, 1994). A despolimerização resulta em oligossacarídeos de baixo peso molecular devido à dextrinização. Colonna et al. (1998) e Lee et al. (2006) descrevem que a dextrinização mecânica é maior nas cadeias de amilopectina em relação à amilose, por serem maiores.

A gelatinização do amido no processo de extrusão ocorre em quantidades reduzidas de água (em torno de 12-22%) em relação aos processos convencionais de cozimento, no entanto, a gelatinização completa nem sempre é atingida (CAMIRE, 2000).

Existem várias propriedades em produtos extrusados que podem ser avaliados para controlar o processo como, por exemplo, IAA (índice de absorção de água), ISA (índice de solubilidade em água), IE, viscosidade de pasta e propriedades de textura (HARPER, 1994).

Condições severas de extrusão são caracterizadas pela elevada energia mecânica específica utilizada no processo, alta temperatura e alto grau de cisalhamento promovendo a dextrinização das moléculas de amido (HARPER, 1994). Durante o processo de extrusão, fica evidenciado que as cadeias de amido sofrem rompimento interno e não nas extremidades, pois apresenta maior relação com o grau de cisalhamento do que com a temperatura de extrusão (MITCHEL e AREAS, 1992).

O material após extrusado apresenta alto ISA e maior capacidade de retenção de água em relação à matéria-prima. A razão entre amilose-amilopectina apresenta efeito na solubilidade em água de produtos extrusados, altos teores de amilose promovem redução na solubilidade dos extrusados. O ISA é maior para produtos extrusados do que para amidos gelatinizados convencionalmente em excesso de água. O aumento da temperatura de tratamento apresenta um impacto negativo no ISA. A amilose, quando submetida a tratamento acima de 200°C no extrusor, apresenta efeito significativo e positivo no ISA (HARPER, 1994).

O ISA aumenta em função de dois fatores: a liberação dos grânulos de amido das partículas e da subsequente degradação do amido (MITCHEL e AREAS, 1992). A formação do complexo amilose-lipídio reduz o ISA (MITCHEL e AREAS, 1992; HARPER, 1994).

As características de pasta são importantes em produtos extrusados à base de amido, principalmente quando estes são usados em alimentos infantis, sopas desidratadas, mingaus e bebidas. Devido à despolimerização e dextrinização do amido durante a extrusão ocorre queda na viscosidade específica do amido, necessitando de altas concentrações para obter grandes viscosidades. Amido nativo apresenta um rápido aumento de viscosidade quando aquecido na presença de água. Quando extrusado, o pico de viscosidade máxima sofre queda significativa por já ter sofrido gelatinização parcial ou total (HARPER, 1994).

O grau de expansão e a estrutura dos extrusados são características dependentes da fusão do amido, do teor de umidade, do tamanho e do desenho

da matriz. Devido à alta temperatura e pressão dentro do extrusor, o material fundido, após transpor a matriz, sofre expansão devido à queda de pressão, resultando na evaporação imediata da água formando e fixando a estrutura porosa do extrusado. Quando a água é perdida na forma de vapor, o resfriamento ocorre até temperatura abaixo da temperatura de transição vítrea do amido, solidificando-o e mantendo a forma do extrusado. Em extrusados com alta umidade, ocorre expansão logo após transpor a matriz, mas a estrutura sofre colapso antes de ocorrer o resfriamento necessário, resultando num produto denso e duro (HARPER, 1994).

A expansão do produto final está inversamente relacionado com a umidade da matéria-prima e diretamente relacionado com o aumento da temperatura de extrusão, no entanto, o efeito da umidade apresenta maior significância (HARPER, 1994). Os teores de amilose e amilopectina também influenciam o IE do produto em função da temperatura utilizada, uma vez que a amilose necessita de temperaturas próximas a 225°C para a máxima expansão, enquanto que com a amilopectina isso ocorre a 135°C, ambos com aproximadamente 14% de umidade. Outro fator de grande importância é que a amilose favorece a expansão longitudinal do produto e a amilopectina favorece a expansão radial (HARPER, 1994).

A densidade específica do extrusado esta diretamente relacionada com o IE do produto, sendo um importante parâmetro avaliado na produção de extrusados expandidos. A variação do tamanho das células de ar encontradas nos extrusados ocorre pela distribuição ineficiente da água livre dentro da massa fundida. A descrição completa sobre a importância da expansão do produto final torna-se importante para a compreensão da qualidade final dos extrusados expandidos. Quando ocorre alto grau de cisalhamento associado à baixa umidade de extrusão, ocorre maior expansão do produto, com menores células de ar e textura com menor dureza (HARPER, 1994).

Maiores concentrações de amilopectina resultam em extrusados expandidos com menores células de ar na estrutura e menor densidade específica enquanto que altos teores de amilose resultam em menores IE, maior dureza e maior resistência à absorção de água (HARPER, 1994).

A princípio, acreditava-se que a degradação do amido ocorria em função da temperatura de extrusão, no entanto, sabe-se que a energia mecânica aplicada apresenta grande influência, mas ainda não é fator dominante (MITCHEL e AREAS, 1992).

3.8.2.1.2 Fibras

Normalmente, as condições de extrusão não afetam a quantidade de fibra total presente na matéria-prima, no entanto, a fração solúvel aumenta (CAMIRE, 2000).

3.8.2.2 Lipídeos

Produtos com alto teor de lipídeos normalmente não são processados por extrusão por reduzirem o atrito e cisalhamento necessário (CAMIRE, 2000). A presença de lipídeos em quantidades menores que 3% não afeta a expansão do produto, no entanto, em quantidades maiores que 5%, a redução na expansão é considerável (HARPER, 1994). Collona et al. (1989) sugerem que o aumento do teor de lipídeo pode ser corrigido através da diminuição da umidade de condicionamento para não afetar o IE dos produtos de segunda geração.

O tipo de amido e de lipídeo presente na matéria-prima influencia no processo de formação do complexo amilose-lipídeo, sendo que, ácidos graxos livres e monoglicerídeos são mais propensos a formação do complexo em relação aos triglicerídeos (MITCHEL e AREAS, 1992; HARPER, 1994; CARIME, 2000).

O conteúdo de lipídeo no produto extrusado normalmente é menor em relação à matéria-prima, essa redução é função da perda na matriz do extrusor (quando a matéria-prima inicial apresenta alto teor de lipídeos como o caso da soja) e pela formação de complexo com amilose ou proteína (CAMIRE, 2000).

3.8.2.3 Proteína

As proteínas são biopolímeros que contém grande número de grupamentos químicos em relação aos polissacarídeos e por isso são mais reativos (MITCHEL e AREAS, 1992) e sofrem muitas alterações durante o processo de extrusão, sendo a mais importante a desnaturação (CAMIRE, 2000).

A maioria das enzimas perdem sua atividade após serem submetidas ao processo de extrusão devido à alta temperatura e ao cisalhamento. Além disso, as proteínas perdem sua solubilidade em água e em solução salina devido à temperatura e à energia mecânica específica à qual o produto é submetido (CAMIRE, 2000).

Durante o processo de extrusão, ocorre a ruptura da matriz protéica e liberação das proteínas, entre elas, a zeína, principalmente α -zeína. Ligações dissulfeto são rompidas e sofrem reorganização e polimerização. Além disso, interações hidrofóbicas e eletrostáticas favorecem a formação de agregados insolúveis, sendo que, o grau de formação desses agregados é determinante nas propriedades sensoriais e de textura de extrusados à base de farinha de milho (BATTERMAN-AZCONA e HAMAKER, 1998; BATTERMAN-AZCONA et al., 1999; CAMIRE, 2000; WANG e PADUA, 2004). A formação destes agregados insolúveis durante a extrusão resulta na formação de uma fase dispersa dentro da fase contínua (MITCHEL e AREAS, 1992).

Uma das maiores aplicações da extrusão em alimentos com alto teor de proteína é na texturização de proteínas de soja, sendo o análogo de carne um dos produtos comumente obtidos (CAMIRE, 2000; YAO et al., 2004; RANASINGHESAGARA et al., 2005; LIU e HSIEH, 2007).

Durante o processo de extrusão normalmente são utilizadas altas temperaturas, que favorece a Reação de *Maillard*. Açúcares redutores podem ser produzidos durante o processo e reagir com grupamentos amina livres de lisina ou outros aminoácidos (CAMIRE, 2000).

3.8.2.4 Vitaminas e minerais

Considerando que, de todos os componentes dos alimentos as vitaminas são as mais sensíveis a tratamentos térmicos, é presumível prever que sofram degradação. Dentre as vitaminas lipossolúveis, as vitaminas D e K são mais estáveis, no entanto, as vitaminas A e E e seus precursores (carotenóides e tocoferol, respectivamente) apresentam menor estabilidade térmica e na presença de oxigênio (CAMIRE, 2000).

Por se tratar de um processo HTST, a extrusão tem por objetivo a redução de perdas de vitaminas durante o processo. Das vitaminas hidrossolúveis, a mais susceptível à degradação térmica é a tiamina (vitamina do complexo B), mas sua estabilidade é variável durante o processo de extrusão, podendo ocorrer perdas entre 5-100%, segundo pesquisas feitas por Killeit (1994). Outras vitaminas do mesmo complexo B não sofrem alterações como é o caso da riboflavina e niacina. A vitamina C é altamente sensível à degradação pela ação do oxigênio e do calor (CAMIRE, 2000).

Os minerais são estáveis a tratamentos térmicos, e não é diferente no processo de extrusão. No entanto, sabe-se que os grãos de cereais contêm fitatos que podem quelar minerais e diminuir a absorção destes durante a digestão. A extrusão apresenta a capacidade de reduzir os níveis de fitatos através da

degradação térmica e mecânica, melhorando nutricionalmente o consumo de produtos extrusados, pois melhora a disponibilidade dos minerais ao organismo (CAMIRE, 2000).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Matéria-prima

As farinhas de milho utilizadas na execução do trabalho foram obtidas através de doação feita pela indústria MINA MERCANTIL, situada em Guaíra – SP e MILHÃO ALIMENTOS, situada em Inhumas – GO. As variedades utilizadas foram de milho dentado e milho duro. Segundo informações cedidas pela fornecedora da variedade de milho duro, trata-se do híbrido Pioneer 30F80. A nomenclatura utilizada para as frações de cada variedade está descrita na Tabela 4. A obtenção das frações de ambas as variedades foi em moinho de martelo.

Tabela 4 – Identificação das amostras utilizadas conforme a granulometria

Granulometria	Milho dentado	Milho duro
Menor	M100	P100
Intermediária	M200	P200
Maior	M500	P300
Reduzida ¹	M500R	P300R

1 – Obtida a partir da moagem da fração com maior granulometria.

4.2 Redução de granulometria

A redução da granulometria de M500 e P300 foi realizada em moinho de martelo da marca TREU, modelo 74064G, equipado com 16 martelos e peneira de 0,76mm, na planta piloto do Centro de Pesquisa e Desenvolvimento de Frutas e

Hortaliças – Fruthotec – do Instituto de Tecnologia de Alimentos – ITAL – situado em Campinas – SP.

4.3 Extração do amido

A extração do amido do milho foi realizada baseando-se em metodologia descrita por Orthoefer e Eastman (2004). Uma amostra homogênea de 100g da mistura das frações de cada variedade de milho foi macerada em erlenmeyer de 500mL na presença de 200mL de solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ 0,2% (metabissulfito de sódio). A maceração ocorreu em banho-maria Dubnoff Fibralimentar de Marca TECNAL® Modelo TE –052 a $52,0 \pm 0,2^\circ\text{C}$ por 24 horas com agitação de 110rpm.

Após a maceração, as amostras foram trituradas em liquidificador Marca Walita® alfa Modelo HL 3251 de 3 velocidades. A trituração ocorreu por 5 minutos na velocidade máxima. Em seguida, as amostras foram lavadas com 300mL de água destilada em peneira com malha de 100 μm e em seguida filtradas em peneira de 88 μm .

O material filtrado foi centrifugado em tubos com capacidade de 250mL em centrífuga refrigerada da Marca FANEM® Modelo FR22 por 25min a 3000rpm, que corresponde a 1106,82g. O sobrenadante foi descartado e a proteína depositada sobre o amido foi removida com auxílio de espátula. O amido foi ressuspenso e submetido à nova centrifugação por 3 vezes para promover a máxima retirada da proteína (purificação).

O amido final foi seco em estufa com circulação forçada de ar da Marca TECNAL®, Modelo TE 394/2, a 40°C por 24 horas para determinação de amilose e propriedades viscoamilográficas.

4.4 Composição química das frações de milho

4.4.1 Umidade

A umidade das frações foi determinada conforme método 44-15^a da AACC (AACC, 1995b). A secagem das amostras foi realizada em estufa da Marca TECNAL[®], Modelo TE 394/2, com circulação forçada de ar. A análise foi realizada em triplicata e os resultados expressos em porcentagem (%).

4.4.2 Proteína bruta

A quantificação de proteína bruta ocorreu conforme método 46-13 da AACC (AACC, 1995b). A digestão da amostra foi realizada em Bloco Digestor TE007A e a destilação em Destilador de Nitrogênio TE036/1. A análise foi realizada em triplicata e os resultados expressos em porcentagem (%) em base seca com fator de conversão N=6,25.

4.4.3 Extrato etéreo

A determinação de extrato etéreo foi realizada através do método 30-25 da AACC (AACC, 1995a). A extração ocorreu em extrator Soxhlet da Marca QUIMIS[®] Modelo 308.526 e o extrato etéreo final foi seco em estufa Marca TECNAL[®], Modelo TE 394/2, com circulação forçada de ar. A análise foi realizada em triplicata e os resultados expressos em porcentagem (%) em base seca.

4.4.4 Cinzas

O teor de cinzas foi determinado através do método 08-01 da AACC (AACC, 1995a). A amostra foi carbonizada em cadinho de porcelana e incinerada em mufla da marca FORNITEC[®] Modelo 2031 a 600°C. A análise foi realizada em triplicata e os resultados expressos em porcentagem (%) em base seca.

4.4.5 Carboidratos

O teor de carboidratos totais foi calculado por diferença, subtraindo-se do peso inicial da amostra (em base seca), os teores de proteína bruta, extrato etéreo e cinzas.

4.4.6 Amilose

A determinação da amilose do amido extraído de cada uma das variedades de milho utilizada foi realizada através de método colorimétrico (complexação com iodo) conforme metodologia descrita por Cereda (2002) e reconhecida pela *International Organization for Standardization* (ISO). A absorbância das amostras foi determinada em espectrofotômetro de absorção da Marca *Spectrophotometer Beckman*, Modelo DU-70, e o comprimento de onda utilizado foi de 620nm, sendo realizadas leituras com 6 repetições para cada amostra.

4.5 Características físicas e reológicas das frações

4.5.1 Granulometria das frações

A granulometria das frações foi determinada em aparelho Produtest, modelo 2431, pelo método 965.22 da AOAC (AOAC, 1995), com modificação na série de peneiras. Foi utilizada uma seqüência de peneiras de 20 (0,840mm), 32 (0,500mm), 60 (0,250mm) e 80 *mesh* (0,177mm). A análise foi realizada em triplicata e os resultados expressos em porcentagem (%).

4.5.2 Dureza das frações

A dureza das frações foi determinada pelo Laboratório de Reologia da EMBRAPA – Agroindústria de Alimentos – Rio de Janeiro (RJ) através do método 55-30 da AACC (AACC, 1995a). O método baseia-se no sistema

SHT (*Stenvert Hardness Tester*), onde se avalia o tempo necessário para moagem de determinada massa de amostra, normalmente 20g.

4.5.3 Cor

As frações foram avaliadas instrumentalmente quanto à cor utilizando-se um colorímetro, modelo COLOR QUEST II (HUNTERLAB). A determinação baseou-se nos sistemas CIEL*a*b* (representação polar do sistema L*a*b*). No sistema CIEL*a*b*, L* indica luminosidade, que varia de zero (preto) a 100 (branco); enquanto a* e b* representam as coordenadas de cromaticidade, sendo que +a* indica tendência para o vermelho e -a* tendência para o verde; +b* indica tendência para o amarelo e -b* tendência para o azul. No sistema L*C*h, o croma (C*) e o ângulo de tonalidade (h) foram determinados pela Equação 1 e Equação 2 respectivamente. As condições de teste utilizadas foram baseadas em Leoro (2007), sendo: iluminante D65, ângulo de visão de 10°, calibração "Reflectance Specular Included" (RSIN). As leituras foram determinadas em triplicata.

$$C^* = \sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2}$$

Equação 1

$$h_{ab} = \tan^{-1}(b^* / a^*)$$

Equação 2

4.5.4 Índice de absorção de água e índice de solubilidade em água das frações

O IAA e o ISA foram determinados, em triplicata, conforme metodologia proposta por Anderson et al. (1969), com modificações. Uma amostra de 2,5g em base seca foi mantida em 30mL de água destilada a 25°C por 30min, sob agitação em tubos TECNAL com capacidade de 50mL.

A suspensão foi centrifugada a 2200g por 10min em centrífuga FANEM[®], Modelo 204NR, e o sobrenadante evaporado e seco em estufa da Marca TECNAL[®], Modelo TE 394/2, com circulação e renovação de ar a 105°C por 4 horas. Os resultados foram calculados por meio das seguintes equações:

$$ISA = \frac{Mre}{Ma (bs)} \times 100$$

Equação 3

$$IAA = \frac{Mrc}{Ma - Mre}$$

Equação 4

Onde:

ISA = Índice de solubilidade em água (%);

IAA = Índice de absorção de água;

Mre = Massa do resíduo de evaporação (g);

Ma = Massa da amostra (g), em base seca.;

Mrc = Massa do resíduo de centrifugação (g).

4.5.5 Propriedades viscoamilográficas

O comportamento viscoamilográfico das frações e do amido extraído da matéria-prima foi determinado em viscosímetro RVA (*Rapid Visco Analyser*). O perfil utilizado para a análise, segundo manual do equipamento (Applications, 1998), encontra-se na Tabela 5. O peso da amostra utilizada foi de 3,0g para as frações e de 2,5g para o amido, com correção para umidade de 14%.

Tabela 5 – Perfil para análise viscoamilográfica em RVA (*Rapid Visco Analyser*) para as frações e o amido da matéria-prima

Tempo (min)	Variável	Valor
00:00:00	Temperatura	50°C
00:00:00	Velocidade	960rpm
00:00:10	Velocidade	160rpm
00:01:00	Temperatura	50°C
00:04:45	Temperatura	95°C
00:07:15	Temperatura	95°C
00:11:00	Temperatura	50°C
00:13:00	Fim do teste	Fim do teste

4.6 Delineamento experimental

O comportamento das frações de milho no processo de extrusão foi avaliado submetendo-se cada fração ao processo de extrusão variando-se a umidade de condicionamento e a temperatura da matriz, segundo Delineamento Composto Central Rotacional – DCCR, com fatorial completo 2^2 , 4 ensaios nas condições axiais e 3 repetições no ponto central, totalizando 11 ensaios, conforme proposto por Box e Draper (1987), Barros Neto, Scarmínio e Bruns (2003) e Rodrigues e lemma (2005). As variáveis independentes em níveis codificados e reais encontram-se nas Tabela 6 e Tabela 7.

Tabela 6 – Níveis das variáveis independentes do delineamento estatístico para avaliação do comportamento das frações de milho na extrusão

Codificação	Variáveis Independentes	Níveis				
		- α	-1	0	+1	+ α
X_1	Umidade de condicionamento (%)	14,0	15,2	18,0	20,8	22,0
X_2^*	Temperatura da matriz ($^{\circ}\text{C}$)	120	127	145	163	170
X_2^{**}	Temperatura da matriz ($^{\circ}\text{C}$)	130	136	150	164	170

$\pm |\alpha|=1,41$; * Temperatura definida para extrusão das frações M100, M200, M500 e M500R; ** Temperatura definida para extrusão das frações P100, P200, P300 e P300R.

Tabela 7 – Delineamento estatístico do tipo composto central rotacional 2^2 para avaliação do comportamento das frações de milho na extrusão

Ensaio	Valores codificados		Valores reais		
	x_1	x_2	X_1	X_2^*	X_2^{**}
1	- 1	- 1	15,2	127	136
2	+1	- 1	20,8	127	136
3	- 1	+ 1	15,2	163	164
4	+1	+ 1	20,8	163	164
5	- α	0	14,0	145	150
6	+ α	0	22,0	145	150
7	0	- α	18,0	120	130
8	0	+ α	18,0	170	170
9	0	0	18,0	145	150
10	0	0	18,0	145	150
11	0	0	18,0	145	150

$\pm|\alpha|=1,41$;

x_1, x_2 = variáveis independentes: umidade de condicionamento, temperatura da matriz, respectivamente;

* Temperatura da matriz definida para extrusão das frações M100, M200, M500 e M500R;

** Temperatura da matriz definida para extrusão das frações P100, P200, P300 e P300R.

4.7 Procedimento experimental

Foram realizados 8 planejamentos experimentais (um para cada fração de milho utilizada) e os níveis da umidade de condicionamento e da temperatura da matriz foram definidos através da literatura, das condições de operação do extrusor utilizado e de testes preliminares.

4.8 Condicionamento das amostras

O condicionamento das amostras ocorreu através da adição lenta e gradual da quantidade de água destilada necessária, obtida pela Equação 5, com auxílio de bureta. A homogeneização ocorreu através de mistura feita com batedeira planetária Kitchen Aid Professional, modelo K45SS de 10 velocidades. A farinha de milho foi mantida em constante revolvimento na velocidade 2.

$$Y = \{[(100 - U_i) / (100 - U_f)] - 1\} \times PA$$

Equação 5

Onde:

Y = Quantidade de água necessária a ser adicionada (g);

U_i = Umidade inicial da amostra (%);

U_f = Umidade final desejada na amostra (%);

PA = Peso da amostra (g).

Após a adição de água e homogeneização, as amostras, de aproximadamente 1000g, foram embaladas em sacos de polietileno e mantidas sob refrigeração em refrigerador Marca Prosdócimo Modelo 01341000101 a 4°C por 24h para amostras das frações M100, M200, M500 e M500R e 48h para amostras das frações P100, P200, P300 e P300R. A diferença entre os tempos utilizados no condicionamento das frações foi necessária para atingir o equilíbrio hídrico, pois conforme Robutti et al. (2002), cultivares de milho que apresentam grãos com maior proporção de endosperma vítreo oferecem maior resistência à difusão da água devido a diminuição da porosidade, reduzindo a velocidade de hidratação.

A umidade final das amostras foi averiguada em determinador rápido de umidade *Infrared Moisture Determination Balance* AND Modelo AD-4714A antes do processo de extrusão. Quando necessário, fez-se a correção da umidade das amostras.

4.9 Extrusão das amostras

As frações condicionadas foram extrusadas em extrusor mono-rosca Brabender (modelo 20 D/N-GNF 1014/2), com temperaturas de 80°C na 1ª zona de aquecimento, 110°C para as frações M100, M200, M500 e M500R e 130°C para as frações P100, P200, P300 e P300R na 2ª zona de aquecimento. A configuração da rosca utilizada foi com taxa de compressão 3:1, velocidade de

rotação do parafuso de 120rpm, com taxa de alimentação de 130g/min e matriz de 2,7mm de diâmetro.

O produto extrusado foi submetido à secagem em estufa da marca Tecnal, modelo TE 394/2, com circulação e renovação forçada de ar a 85°C até umidade final inferior a 3,0%. Em seguida, foram coletadas amostras para análise de índice de expansão e força de compressão de cada ensaio realizado, sendo o restante do material triturado inicialmente em multiprocessador Marca Walita, Modelo Mega Master e em seguida em liquidificador da marca Walita® alfa, Modelo HL 3251 para reduzir melhor a granulometria com objetivo de peneirar em malha de 0,250mm. As amostras trituradas e peneiradas foram armazenadas em sacos de polietileno de alta densidade e mantidas a temperatura ambiente para análises posteriores de índice de absorção de água, índice de solubilidade em água e análises viscoamilográficas.

4.10 Avaliação do produto extrusado

4.10.1 Índice de expansão

O IE foi determinado pela razão entre o diâmetro do produto extrusado e o diâmetro da matriz (Equação 6), segundo metodologia proposta por Mercier et al. (1998). Foram coletadas 20 amostras de aproximadamente 60mm de comprimento e seu diâmetro mensurado com auxílio de paquímetro Craftsman.

$$IE = d / d_0$$

Equação 6

Onde:

IE = Índice de expansão;

d = Diâmetro do produto extrusado (mm);

d₀ = Diâmetro da matriz (mm).

4.10.2 Força de compressão

Foram avaliadas 15 amostras de 60mm de comprimento em Texturômetro TA-XT2i utilizando “probe” *Warner Bratzler* (HDP/WBV) do tipo faca em “V”. Os parâmetros utilizados foram: velocidade pré-teste: 4,0mm/s; velocidade de teste: 1,0mm/s; velocidade pós-teste: 5,0mm/s; distância de ruptura: 1,0mm; limiar de força: 20g (STABLE, 1997); e medida de força na compressão (FC), expressos em N.

4.10.3 Índice de absorção de água e índice de solubilidade em água

O IAA e o ISA foram determinados, em triplicata, conforme metodologia proposta por Anderson et al. (1969), descrita no item 4.5.4, considerando a umidade dos extrusados após secagem em estufa.

4.10.4 Análise viscoamilográfica

O comportamento viscoamilográfico dos extrusados foi determinado em viscosímetro RVA (*Rapid Visco Analyser*). O perfil utilizado para a análise, segundo manual do equipamento (Applications, 1998), encontra-se na Tabela 8. O peso da amostra utilizada foi de 2,5g (em base seca).

Tabela 8 – Perfil para análise viscoamilográfica em RVA (*Rapid Visco Analyser*) para os extrusados expandidos

Tempo (min)	Variável	Valor
00:00:00	Temperatura	25°C
00:00:00	Velocidade	960rpm
00:00:10	Velocidade	160rpm
00:02:00	Temperatura	25°C
00:07:00	Temperatura	95°C
00:10:00	Temperatura	95°C
00:15:00	Temperatura	25°C
00:20:00	Fim do teste	Fim do teste

4.11 Análise dos resultados

Os dados obtidos nos ensaios do delineamento experimental foram avaliados através de programa estatístico Statistica 5.0 - Statsoft, USA (STATISTICA, 1995) para cálculo dos efeitos, do coeficiente de regressão e análise de variância (ANOVA) com nível de significância de 10%. Para o presente trabalho foi adotado coeficiente de regressão mínimo (R^2) da ANOVA de 0,80 para garantir a validade das predições efetuadas pelo modelo matemático e elaboração das superfícies de resposta e das curvas de contorno. Com o mesmo programa foram realizadas as análises de correlação de Pearson entre os resultados das variáveis dependentes e a comparação de médias, para a caracterização da matéria-prima, através de teste de Tukey, com nível de significância de 5%.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Matéria-prima

5.1.1 Composição química das frações

A composição química das frações de milho dentado e duro utilizadas encontram-se na Tabela 9 e Tabela 10, respectivamente. Observou-se que os valores encontrados para carboidratos totais encontraram-se semelhantes nas frações do milho e estão de acordo com valores encontrados por Alexander (1987), Pomeranz (1987), Ferreira (2006), Duensing et al. (2007) e Leoro (2007).

Os teores de proteína apresentaram diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$) entre as frações do milho dentado, sendo maior para M100 e menor em M200. Em contrapartida, as frações P200 e P300 do milho duro não apresentaram diferença entre si.

Tabela 9 – Composição química das frações de milho dentado, expressos em porcentagem* (%)

Fração	Umidade	Carboidratos ^{1,2}	Proteína bruta ¹	Extrato etéreo ¹	Cinzas ¹
M100	12,65±0,09	90,64	7,91±0,01 ^a	1,01±0,01 ^b	0,45±0,09 ^b
M200	11,98±0,05	90,64	7,50±0,04 ^c	1,35±0,02 ^a	0,51±0,10 ^a
M500	13,15±0,12	90,99	7,62±0,01 ^b	0,97±0,01 ^c	0,42±0,07 ^c

* Valores correspondentes à média de 3 repetições ± desvio padrão;

Médias com letras distintas na mesma coluna demonstram diferenças estatisticamente significativas entre as frações pelo teste de Tukey ($p < 0,05$);

1 – Valores expressos considerando amostra em base seca;

2 – Calculado por diferença.

Tabela 10 – Composição química das frações de milho duro, expressos em porcentagem* (%) em base seca

Fração	Umidade	Carboidratos ^{1,2}	Proteína bruta ¹	Extrato etéreo ¹	Cinzas ¹
P100	12,76±0,01	92,69	6,55±0,17 ^b	0,36±0,01 ^b	0,23±0,02 ^a
P200	12,52±0,06	91,64	7,78±0,09 ^a	0,36±0,01 ^b	0,21±0,01 ^{ab}
P300	13,29±0,10	89,99	7,83±0,13 ^a	1,99±0,04 ^a	0,19±0,01 ^b

* Valores correspondentes à média de 3 repetições ± desvio padrão;

Médias com letras distintas na mesma coluna demonstram diferenças estatisticamente significativas entre as frações pelo teste de Tukey (p<0,05)

1 – Valores expressos considerando amostra em base seca;

2 – Calculado por diferença.

Singh et al. (2009) reportaram que as diferenças nas características da composição do endosperma são devidas à separação do amido da matriz proteica durante a moagem e estão diretamente relacionadas com a dureza e a variedade do milho. Quanto maior a dureza apresentada pelo milho, maior será a compactação da matriz proteica sobre o amido e, durante o processo de moagem, a proteína tende a ficar aderida ao grânulo de amido.

Normalmente, frações com maior granulometria tendem a apresentar maior teor proteico em variedades de milho com maior dureza, ficando evidenciado em variedades que apresentam maior proporção de endosperma vítreo. Na moagem de milho dentado, devido à maior facilidade de desintegrar o grão durante o processo de moagem, favorecendo a separação entre proteína e amido, podem ocorrer variações entre a composição química das diferentes frações obtidas (DUENSING et al., 2007). Sendo assim, tanto proteína quanto amido ficam dispersos nas frações de menores partículas, como foi observado para o milho dentado (Tabela 9), onde a maior concentração de proteínas foi quantificada na fração de menor granulometria.

A concentração de lipídios (extrato etéreo), encontrada no milho dentado, está de acordo com valores descritos por Pomeranz (1987), Duensing et al. (2007) e Leoro (2007). No caso das frações do milho duro, grande diferença foi encontrada entre as frações P100 e P200 em relação a P300. Acredita-se que isto

ocorreu em função do processo de degerminação, pois partículas de gérmen apresentam tamanho próximo à fração P300, o que provocou a contaminação da fração pela presença do gérmen, uma vez que este proporcionou a maior concentração de lipídios (WATSON, 1987b; JONSON, 2000).

Os teores de cinzas encontrados na variedade de milho dentado encontraram-se de acordo com valores obtidos por Leoro (2007), no entanto, baixas concentrações foram obtidas nas frações do milho duro.

A quantidade de amilose obtida foi de $31,47 \pm 0,35\%$ para o milho dentado e de $29,00 \pm 0,58\%$ para milho duro, respectivamente, no entanto, estes resultados não apresentaram diferença significativa pelo teste Tukey, com nível de confiança de 95%. Robutti et al. (2002) encontraram valores semelhantes para conteúdo de amilose em milho dentado e duro, mas os valores obtidos pelos autores foram maiores para milho duro ($\sim 30,00\%$) em relação ao dentado ($\sim 28,00\%$), entretanto também relatam que não ocorreu diferença estatisticamente significativa.

5.1.2 Granulometria das frações

Avaliando a granulometria das frações de milho utilizadas e tomando por base a classificação proposta por Rooney e Suhendro (2001) para produtos oriundos da moagem seca de milho degerminado, observou-se na Tabela 11, para milho dentado, e na Tabela 12 para milho duro, que as frações M100 e P100 podem ser classificadas como farinha fina por apresentarem a maior quantidade entre as peneiras de 32 (0,500mm) e 80 *mesh* (0,177mm), M200 e P200 como farinha grossa com variação granulométrica predominante entre 20 (0,840mm) e 60 *mesh* (0,250mm) e M500 e P300 como *grits* fino, apresentando granulometria entre 20 (0,840mm) e 32 *mesh* (0,500mm). A redução de granulometria das frações M500 e P300 resultaram nas frações M500R e P300R, respectivamente, classificadas como farinha grossa.

Tabela 11 – Granulometria das frações de milho dentado, expresso em porcentagem* (%)

Fração	Abertura da malha da peneira (<i>mesh</i>)				Fundo
	20	32	60	80	
M100	0,04±0,01 ^b	7,12±0,14 ^d	74,39±0,57 ^a	11,88±0,58 ^a	6,36±0,86 ^a
M200	0,05±0,04 ^b	61,94±0,82 ^b	30,78±0,89 ^c	3,95±0,55 ^c	3,23±0,57 ^b
M500	1,53±0,16 ^a	88,54±0,44 ^a	8,04±0,21 ^d	0,77±0,10 ^d	0,94±0,07 ^c
M500R	1,83±0,27 ^a	19,28±0,18 ^c	64,44±0,99 ^b	10,06±0,51 ^b	4,42±2,17 ^b

* Valores correspondentes à média de 3 repetições ± desvio padrão;

Médias com letras distintas na mesma coluna demonstram diferenças estatisticamente significativas entre as frações pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

Tabela 12 – Granulometria das frações de milho duro, expresso em porcentagem* (%)

Fração	Abertura da malha da peneira (<i>mesh</i>)				Fundo
	20	32	60	80	
P100	0,04±0,01 ^b	0,09±0,01 ^d	91,67±0,18 ^a	6,89±0,21 ^b	1,19±0,10 ^b
P200	0,08±0,01 ^b	74,70±0,83 ^a	24,85±0,83 ^c	0,18±0,01 ^c	0,14±0,01 ^c
P300	64,96±0,93 ^a	34,77±0,81 ^b	0,09±0,01 ^d	0,02±0,01 ^c	0,01±0,01 ^c
P300R	0,75±0,12 ^b	13,55±0,45 ^c	50,27±0,67 ^b	17,93±0,49 ^a	17,14±0,61 ^a

* Valores correspondentes à média de 3 repetições ± desvio padrão;

Médias com letras distintas na mesma coluna demonstram diferenças estatisticamente significativas entre as frações pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

Os resultados encontrados para a granulometria de farinha fina e *grits* fino estão de acordo com valores reportados por Jamim e Flores (1998), Ferreira (2006) e Leoro (2007).

O tamanho das partículas da matéria-prima utilizada no processo de extrusão com extrusor mono-roscas é altamente significativo, pois menores partículas favorecem o processo e gelatinização (COLONNA et al., 1998) e alteram a textura, palatabilidade e expansão do produto final. As células de ar na estrutura dos extrusados expandidos são maiores ou menores conforme a distribuição granulométrica das farinhas utilizadas (ZHANG e HOSENEY, 1998; HUBER, 2001; ASCHERI, 2007).

A uniformidade das partículas também está relacionada com o condicionamento das farinhas, partículas uniformes tendem a absorver água na

mesma velocidade. Quando o tamanho das partículas sofre grande variação, as partículas menores absorvem água com maior velocidade que partículas maiores, resultando em diferentes graus de cocção durante o processo de extrusão diminuindo a qualidade do produto final (HUBER e ROKEY, 1990; DE MONREDON et al., 1996; DESRUMAUX et al., 1998; STRAHM, 2000).

5.1.3 Dureza das frações

A dureza das frações de milho, determinada pelo tempo requerido (em segundos) para moagem de determinada quantidade da amostra, está apresentada na Figura 6. Maior tempo necessário para a moagem das amostras foi identificado nas frações com maiores granulometrias (M500 e P300).

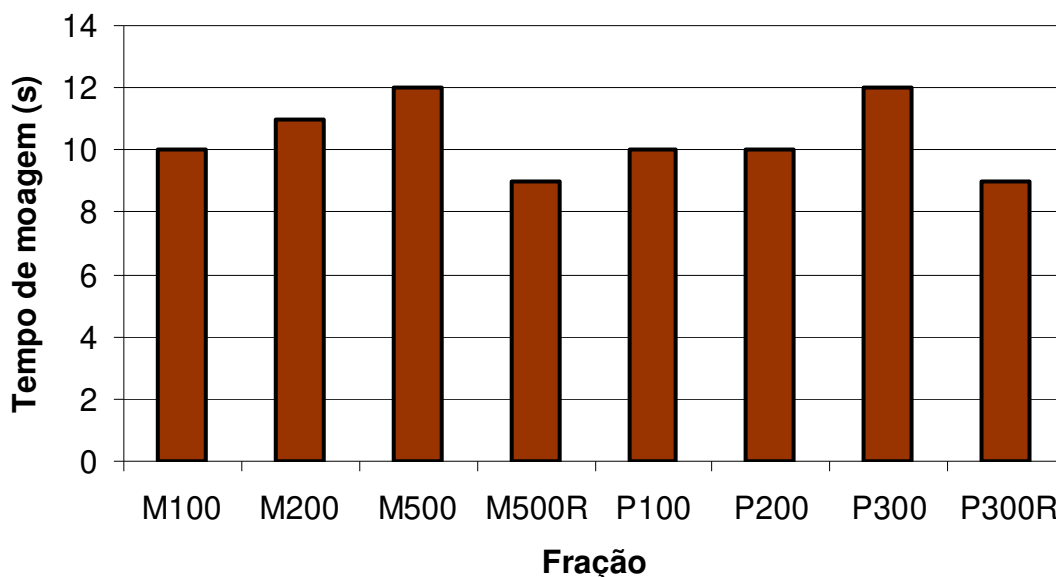


Figura 6 – Dureza das frações de milho dentado (M100, M200, M500 e M500R) e duro (P100, P200, P300 e P300R).

Observou-se que o tempo de moagem aumentou com o aumento da granulometria das frações de milho dentado, enquanto que para o milho duro, não houve diferença entre o tempo de moagem das frações P100 e P200.

A redução de granulometria que deu origem as frações M500R e P300R proporcionou menor tempo de moagem, mas de maneira semelhante às demais frações. O tempo de moagem pode ser avaliado como uma análise subjetiva para a dureza das farinhas de milho, uma vez que o método é, na maioria das vezes, utilizado com melhores respostas para determinação de dureza de grãos de trigo. Além disso, a influência do tamanho de partícula sobre o tempo de moagem deve ser considerada, uma vez que o processo ocorreu em função do tempo necessário para a moagem de determinada massa da amostra estipulada, sendo assim, frações com maiores granulometrias requerem maior tempo de moagem.

Outro fator de grande importância para o tempo de moagem é a proporção de endosperma farináceo e vítreo presente na fração (LI, 1996; POMERANZ, 1996). Atribuiu-se principalmente a este fator a semelhança entre os tempos de moagem para as frações de milho dentado e duro. O milho dentado apresenta maior proporção de endosperma farináceo em relação ao milho duro, e por isso foi necessária a moagem de maior volume para obter a massa pré-determinada para a análise.

5.1.4 Cor

Observando a Tabela 13 e Tabela 14, verificou-se que a luminosidade (L) das frações de milho dentado e duro diminuiu com o aumento da granulometria, apresentando diferenças estatisticamente significativas ($p < 0,05$) entre as frações. Maiores valores de L indicam tendência à cor branca, e está atribuído a maior exposição do amido encontrado nas frações com menores granulometrias. Sing et al. (2009) encontraram valores semelhantes para a luminosidade de milho dentado.

Tabela 13 – Cor das frações de milho dentado*

Fração	L	C	h
M100	82,95±0,07 ^a	38,00±0,14 ^b	76,38±0,02 ^a
M200	81,61±0,14 ^c	36,36±0,93 ^c	76,20±0,08 ^a
M500	78,52±0,03 ^d	41,35±0,16 ^a	73,40±0,17 ^c
M500R	82,13±0,04 ^b	36,61±0,32 ^c	75,71±0,10 ^b

* Valores correspondentes à média de 3 repetições ± desvio padrão;

Médias com letras distintas na mesma coluna demonstram diferenças estatisticamente significativas entre as frações pelo teste de Tukey ($p<0,05$).

Tabela 14 – Cor das frações de milho duro*

Fração	L	C	h
P100	84,07±0,04 ^a	38,36±0,24 ^c	76,97±0,10 ^a
P200	79,24±0,04 ^c	44,98±0,05 ^b	73,83±0,11 ^c
P300	74,08±0,08 ^d	48,33±0,14 ^a	68,96±0,10 ^d
P300R	82,29±0,50 ^b	37,75±0,33 ^d	74,79±0,08 ^b

* Valores correspondentes à média de 3 repetições ± desvio padrão;

Médias com letras distintas na mesma coluna demonstram diferenças estatisticamente significativas entre as frações pelo teste de Tukey ($p<0,05$).

Oposto à luminosidade, o aumento da cromaticidade das frações apresentou-se estatisticamente significativo ($p<0,05$) com o aumento da granulometria. O croma (C) adquire valor nulo no centro da circunferência de representação e aumenta de acordo com a distância do ponto central. O ângulo (h), que é expresso em graus e assume valor zero no ponto +a (vermelho) e 90° em +b (amarelo), apresentou redução estatisticamente significativa ($p<0,05$) com o aumento da granulometria das frações. Avaliando-se a interação entre L, C e h, observou-se que, com o aumento da granulometria, as frações apresentaram cor amarela com maior intensidade (Figura 7).

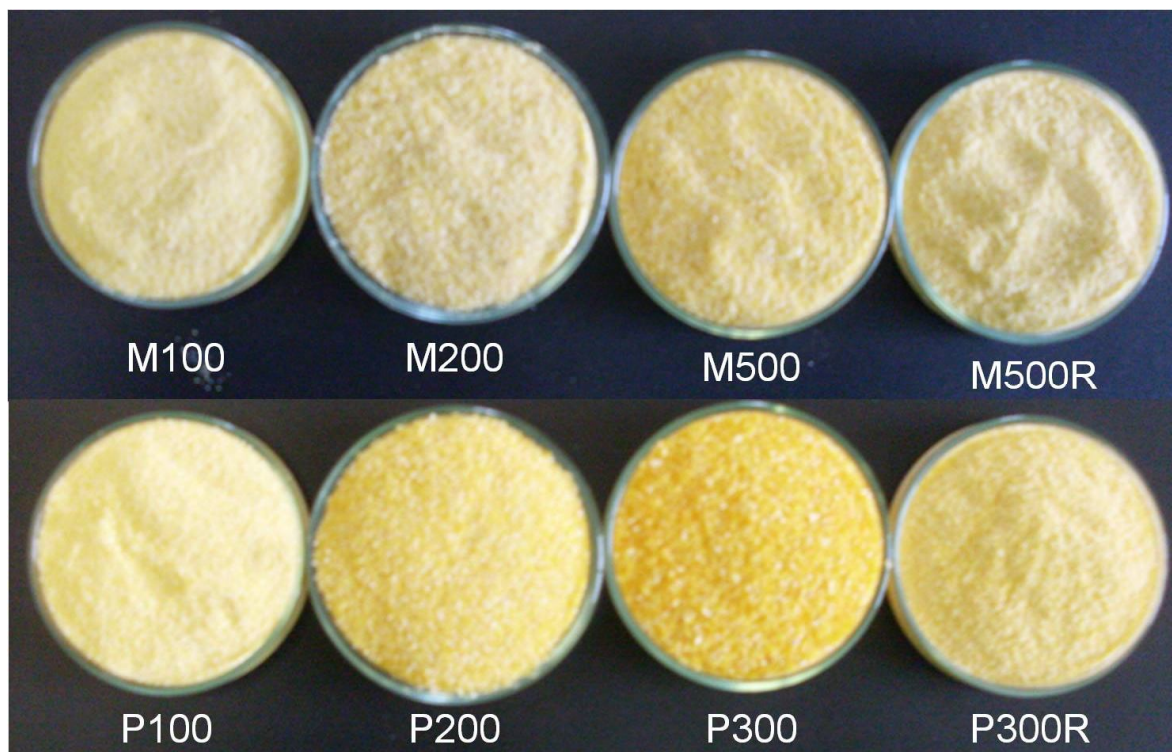


Figura 7 – Cor das frações de milho dentado (M100, M200, M500 e M500R) e duro (P100, P200, P300 e P300R).

Em granulometrias maiores, o amido tende a ficar menos exposto, isso faz com que a matriz proteica fique mais intacta. Nessa matriz proteica estão presentes os carotenóides, α -caroteno, β -criptoxantina, luteína e zeaxantina, responsáveis pela cor amarela encontrada no milho. A β -criptoxantina e a luteína são encontradas no milho em pequenas concentrações, no entanto, α -caroteno e zeaxantina são encontrados em maiores quantidades (WHITE e WEBER, 2007; MERCADANTE, 2008; ÖTLES e ÇAGINDI, 2008).

5.1.5 Índice de absorção de água e índice de solubilidade em água das frações

A influência do tamanho da granulometria no IAA e ISA pode ser claramente observada na Tabela 15 e Tabela 16 para as frações de milho dentado e duro, respectivamente. O IAA sofreu redução conforme aumentou a granulometria das frações, em função da diminuição da área superficial para difusão da água (ZHANG e HOSENEY, 1998; HUBER, 2001).

Tabela 15 – Índice de absorção de água (IAA) e índice de solubilidade em água (ISA) para as frações de milho dentado*

Fração	IAA	ISA (%)
M100	2,95±0,02 ^a	2,31±0,01 ^a
M200	2,73±0,01 ^b	2,21±0,06 ^a
M500	2,51±0,01 ^d	1,69±0,04 ^c
M500R	2,63±0,03 ^c	1,94±0,06 ^b

* Valores correspondentes à média de 3 repetições ± desvio padrão; Médias com letras distintas na mesma coluna demonstram diferença estatisticamente significativa entre as frações pelo teste de Tukey (p<0,05).

Tabela 16 – Índice de absorção de água (IAA) e índice de solubilidade em água (ISA) para as frações de milho duro*

Fração	IAA	ISA (%)
P100	2,63±0,01 ^b	1,29±0,01 ^b
P200	2,48±0,02 ^c	0,91±0,02 ^c
P300	2,32±0,02 ^d	0,67±0,03 ^d
P300R	2,79±0,05 ^a	1,62±0,03 ^a

* Valores correspondentes à média de 3 repetições ± desvio padrão; Médias com letras distintas na mesma coluna demonstram diferenças estatisticamente significativas entre as frações pelo teste de Tukey (p<0,05).

A influência da dureza das frações de milho foi notória entre as variedades utilizadas. Observou-se que, para as frações com granulometrias semelhantes entre as variedades, ocorreu diminuição no IAA do milho duro em relação ao milho dentado. Zhang e Hosene (1998), Robutti et al. (2002),

Gonzalez et al. (2004 e 2005) e Paulsen (2007) reportaram que variedades de milho com maior dureza apresentaram menor porosidade para difusão da água devido à maior compressão da matriz proteica sobre o grânulo de amido, resultando numa estrutura compacta.

O baixo IAA das frações de milho ocorreu pela reduzida afinidade da água com o amido nativo, onde somente o amido danificado é responsável pela formação de ligações de hidrogênio com a água, além da forte ligação do amido com a matriz proteica. O amido apresenta duas regiões devido a sua estrutura, sendo uma denominada de região cristalina e outra de região amorfa, mas apenas a fração amorfa do amido tem capacidade de absorver água em sistema a frio (COLONNA et al., 1989, JANE, 2003). A baixa absorção de água pelas frações deveu-se basicamente à pouca porosidade encontrada.

Assim como a dureza influenciou no IAA, ocorreu o mesmo efeito no ISA, onde a lixiviação de componentes solúveis ocorreu com maior facilidade nas frações de milho dentado. Verificou-se baixo ISA nas frações, principalmente na variedade de milho duro, e com aumento da granulometria ocorreu valor mínimo de 0,67% para a fração P300. Pode-se verificar na Tabela 16 que a redução de granulometria de P300 para P300R aumentou o IAA e o ISA em 20 e 142%, respectivamente, sendo que, na redução da fração M500 pra M500R, esse aumento foi menor. A força de impacto durante a trituração promoveu o rompimento da matriz proteica possibilitando a liberação de amido solúvel (danificado).

Autores como Pomeranz (1987), Mestres et al. (1991) e Duensing et al. (2003) citaram que a energia necessária para produzir frações com menores granulometrias de milho com elevada dureza foi maior, resultando em alterações na estrutura do grânulo de amido. Alvin (2001) encontrou valores semelhantes para IAA e ISA utilizando fubá mimoso, que corresponde à fração M200 da variedade de milho dentado, uma vez que esta é a variedade mais utilizada pela indústria para obtenção de fubá.

5.1.6 Propriedades viscoamilográficas

Materiais biopoliméricos como amido apresentam propriedades funcionais de grande interesse na indústria de alimentos, como solubilidade, viscosidade, capacidade de formação de géis e capacidade de retenção de água (BELITZ e GROSCH, 1997; PEREDA et al., 2005). A presença de lipídeos e fosfolipídios retarda a retrogradação do amido por limitar a dispersão do amido durante o tratamento térmico (JANE, 2003).

O RVA (*Rapid Visco Analyser*) é um sistema que mede a mudança de viscosidade do amido, ou produtos à base de amido, sob condições controladas de agitação e temperatura. A curva de viscosidade obtida mostra um rápido aumento durante a fase de aquecimento devido ao inchamento do grânulo de amido, lixívia da amilose e penetração da água no espaço liberado pela amilose dentro do grânulo de amido. Com temperatura e agitação constante, ocorre queda da viscosidade em função do rompimento dos grânulos de amido e orientação da amilose no sentido da agitação. Resfriamento posterior promove a diminuição da energia do sistema e a formação de ligações de hidrogênio entre as cadeias de amido, resultando em aumento de viscosidade, também denominado de retrogradação (CIACCO e CRUZ, 1982; NELLES et al., 2000; HUANG e ROONEY, 2001).

Os resultados obtidos para as propriedades viscoamilográficas das frações de milho dentado estão apresentados na Tabela 17 e de milho duro, na Tabela 18.

Tabela 17 – Comportamento viscoamilográfico das frações de milho dentado, expresso em RVU*

Fração	V _{max}	V _{min}	QV	V _{final}	TR
M100	89,25±1,58 ^a	75,14±0,65 ^a	14,11±0,97 ^c	179,28±1,92 ^b	104,14±1,30 ^b
M200	62,03±3,16 ^c	43,78±2,94 ^c	18,25±0,43 ^b	151,17±2,39 ^c	107,39±2,38 ^b
M500	36,42±1,75 ^d	23,86±1,19 ^d	12,55±0,62 ^c	95,14±2,71 ^c	71,28±1,57 ^c
M500R	79,61±0,83 ^b	57,83±1,38 ^b	21,78±0,56 ^a	194,69±0,27 ^a	136,86±1,25 ^a

V_{max} – viscosidade máxima; V_{min} – viscosidade mínima; QV – queda de viscosidade; V_{final} – viscosidade final; TR – tendência a retrogradação;

* Valores correspondentes à média de 3 repetições ± desvio padrão;

Médias com letras distintas na mesma coluna demonstram diferenças estatisticamente significativas entre as frações pelo teste de Tukey (p<0,05).

Tabela 18 – Comportamento viscoamilográfico das frações de milho duro, expresso em RVU*

Fração	V _{max}	V _{min}	QV	V _{final}	TR
P100	114,33±3,57 ^a	106,11±2,63 ^a	8,22±0,97 ^c	231,08±5,43 ^b	124,97±5,32 ^b
P200	43,08±2,18 ^b	25,86±2,17 ^c	17,22±0,24 ^b	123,47±3,59 ^c	97,61±1,64 ^c
P300	6,53±0,35 ^c	4,31±0,17 ^d	2,22±0,21 ^d	18,56±1,32 ^d	14,25±1,17 ^d
P300R	108,89±3,97 ^a	86,39±2,11 ^b	22,50±2,28 ^a	262,89±3,12 ^a	176,50±1,01 ^a

V_{max} – viscosidade máxima; V_{min} – viscosidade mínima; QV – queda de viscosidade; V_{final} – viscosidade final; TR – tendência a retrogradação;

* Valores correspondentes à média de 3 repetições ± desvio padrão;

Médias com letras distintas na mesma coluna demonstram diferenças estatisticamente significativas entre as frações pelo teste de Tukey (p<0,05)

A V_{max} durante a fase de aquecimento mostrou-se altamente influenciada pela granulometria das frações. A redução da V_{max} em relação às frações foi maior na variedade de milho duro em relação ao milho dentado. Observou-se um decréscimo de 52,83RVU na V_{max} entre as frações M100 e M500, enquanto que entre as frações P100 e P300 a redução alcançou 107,80RVU devido à menor porosidade e maior dureza das frações, resultando em maior empacotamento da fração de amido (ALMEIDA-DOMINGUEZ et al., 1997; ZHANG e HOSENEY, 1998; HUBER, 2001, SANDHU e SINGH, 2007; SINGH et al., 2009).

As frações com granulometria reduzida (M500R e P300R) apresentaram V_{max} de 79,61 e 108,89RVU, respectivamente. Com o aumento da área exposta ao contato com a água ocorreu aumento estatisticamente significativo (p<0,05) da

V_{max} , situando-se próximo a viscosidade de M100 e P100, concomitantemente. Além disso, verificou-se a influência do tamanho da partícula no comportamento viscoamilográfico, uma vez que a composição química entre as frações M500 e M500R e P300 e P300R é a mesma, respectivamente, diferenciando-se somente pelo tamanho da partícula.

Após a V_{max} ocorre o rompimento dos grânulos e a dispersão do amido, que é regida pelo tamanho das partículas e a presença de complexos e/ou agregados. A integridade do grânulo de amido depende do tempo de cozimento, temperatura, concentração, grau de cisalhamento e pH. Grânulos íntegros resultam em gel firme e coeso, com baixo poder espessante (MAURO et al., 2007).

Durante a agitação em temperatura constante a 95°C, verificou-se que as frações de milho duro apresentaram maior estabilidade da viscosidade para todas as frações utilizadas, com exceção da fração P300R. Maior V_{final} foi obtida para as menores granulometrias de ambas as variedades (M100, P100, M500R e P300R).

As frações intermediárias (M200 e P200) apresentaram maiores valores de QV durante a fase de temperatura e agitação constante a 95°C e 160rpm, respectivamente. Este fato está relacionado com a desintegração da partícula durante esta etapa, onde ocorreu a liberação do material interno das partículas, e estas tendem a se orientar no sentido da rotação da agitação, resultando em maior QV.

O tempo de processo do RVA é muito rápido, o que pode ter resultado em comprometimento da análise na fase de aquecimento para amostras com maiores granulometrias, pois não ocorre a gelatinização completa do amido. Este efeito foi maior para o milho duro, por apresentar maior dificuldade para absorção e difusão de água para promover a completa gelatinização.

A temperatura de pasta para as frações utilizadas está demonstrada na Tabela 144 do Apêndice I. Observou-se que não foi detectada a temperatura de

pasta para a fração de maior granulometria para ambas as variedades de milho utilizadas (M500 e P300). Atribui-se este comportamento ao tamanho da partícula, uma vez que granulometrias maiores são mais difíceis de hidratar durante o curto período de análise que é utilizado no RVA.

Avaliando-se as demais frações que apresentaram temperatura de pasta, observou-se que ocorreu aumento estatisticamente significativo ($p < 0,05$) entre a fração com menor tamanho de partícula (M100 e P100) e a fração intermediária (M200 e P200). Foram obtidas temperaturas de pasta de 87,30 e 93,03°C para as frações M100 e M200 e de 84,53 e 94,02°C para as frações P100 e P200, respectivamente. Os altos valores obtidos para a temperatura de pasta estão relacionados com a lenta difusão da água dentro das partículas das frações, necessitando de temperaturas maiores para ocorrer o aumento da viscosidade durante a análise. Quando a fração com maior granulometria sofreu redução no tamanho de partícula foi possível detectar a temperatura de pasta, no entanto, estes valores também foram altos, 91,85°C para a fração M500R e 88,35°C para a fração P300R.

O comportamento da $V_{\max}$ está coerente com o IAA, uma vez que o aumento da granulometria reduziu a área superficial para a penetração de água, dificultando o intumescimento do grânulo de amido para o aumento da $V_{\max}$ das frações, o que ocorreu com maior significância estatística ($p < 0,05$) para o milho duro por ter apresentado um coeficiente de correlação entre IAA e viscosidade máxima de 0,9296 (Figura 8) em relação ao milho dentado que apresentou $r = 0,7973$.

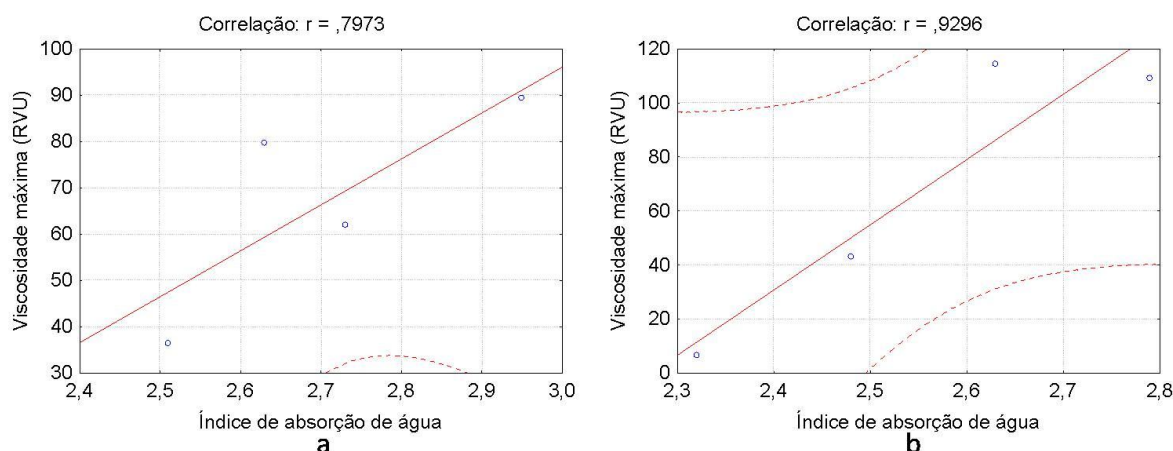


Figura 8 – Correlação entre índice de absorção de água e viscosidade máxima para as milho dentado (a) e duro (b).

A temperatura de pasta determinada para o amido extraído das duas variedades de milho utilizadas encontra-se na Tabela 144 do Apêndice I. Foi verificado que o amido do milho dentado apresentou temperatura de pasta de 78,63°C e de amido de milho duro de 78,07°C, no entanto, estes valores não apresentam diferença estatisticamente significativa entre si.

O comportamento viscoamilográfico do amido extraído do milho dentado e duro está apresentado na Figura 9 e os valores obtidos estão expostos na Tabela 145 do Apêndice I. Os valores observados para as propriedades viscoamilográficas dos amidos não apresentam diferença estatisticamente significativa ($p < 0,05$).

Entretanto, observou-se altos valores de $V_{\max}$ e baixa QV e TR para ambos os amidos, o que é característico do amido de milho. A dispersão de amido de milho quando é aquecida em excesso de água sofre inchamento pela absorção de água dos grânulos produzindo pastas altamente viscosas e estáveis à agitação mecânica e com baixa TR durante a análise (CIACCO e CRUZ, 1982; WHITE, 2001).

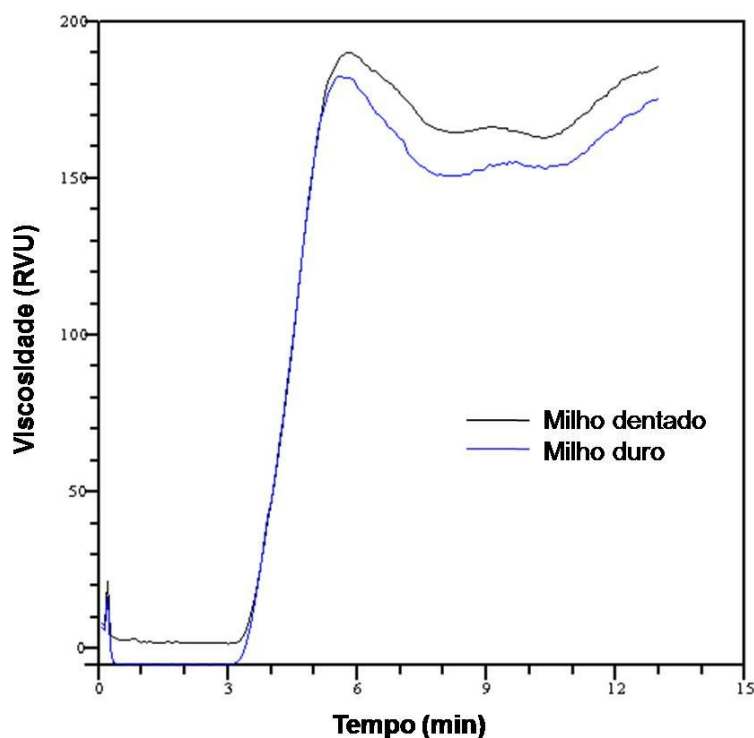


Figura 9 – Comportamento viscoamilográfico de amido de milho dentado e duro.

5.2 Extrusados expandidos

5.2.1 Índice de expansão

A expansão de produtos processados por extrusão depende da composição química da matéria-prima, das condições de extrusão e da pressão de vapor (DESRUMAUX et al., 1998). A estrutura dos produtos expandidos varia com o grau de gelatinização do amido e a diferença de pressão entre o interior do extrusor e o ambiente exterior, que promove a evaporação da água presente formando núcleos de células de ar. Durante a expansão, as pequenas células presentes crescem e, através da nucleação e coalescência, formam as células maiores observadas nos produtos finais. Com a evaporação de água ocorre a queda da temperatura do produto abaixo da temperatura de transição vítrea,

formando a estrutura final do produto. O resfriamento posterior é lento devido à baixa condutividade térmica dos biopolímeros (COLONNA et al., 1989).

A influência da umidade de condicionamento e da temperatura da matriz no IE foi avaliada nas frações de milho dentado (Tabela 19) e duro (Tabela 20) e apresentaram valores experimentais que variaram entre 2,08 e 4,44. O valor mínimo foi obtido no ensaio 4 da fração M500 e o máximo no ensaio 5 da fração M500R. Em todas as frações de milho dentado e duro o maior IE foi obtido no ensaio 5, combinando-se baixa umidade de condicionamento (14%) e temperatura de matriz intermediária (145 e 150°C para milho dentado e duro, respectivamente). Em contrapartida, observou-se que na maioria das frações os valores mínimos foram obtidos no ensaio 6, no qual as condições de experimento foram de maior umidade de condicionamento (22%) e temperatura no ponto central (145 e 150°C para milho dentado e duro, respectivamente).

Tabela 19 – Resultado experimental obtido no índice de expansão* para os extrusados expandidos das frações de milho dentado

Ensaio	Níveis reais		M100	M200	M500	M500R
	U (%)	T (°C)				
1	15,2	127	3,79±0,13	3,85±0,15	3,57±0,06	3,94±0,05
2	20,8	127	2,61±0,07	2,42±0,07	2,10±0,06	2,59±0,09
3	15,2	163	3,60±0,06	3,53±0,11	3,48±0,12	4,04±0,06
4	20,8	163	2,44±0,06	2,56±0,07	2,08±0,07	2,50±0,05
5	14,0	145	4,10±0,12	3,90±0,12	3,84±0,10	4,44±0,06
6	22,0	145	2,24±0,08	2,42±0,09	2,15±0,08	2,36±0,10
7	18,0	120	3,02±0,09	3,06±0,09	3,23±0,06	2,99±0,06
8	18,0	170	3,02±0,09	2,94±0,06	2,80±0,10	2,95±0,05
9	18,0	145	3,07±0,09	2,99±0,10	2,79±0,09	3,27±0,08
10	18,0	145	3,13±0,07	3,05±0,08	2,77±0,08	3,27±0,08
11	18,0	145	3,11±0,11	2,94±0,06	2,81±0,08	3,24±0,07

* Valores expressos pela média aritmética de 20 repetições±desvio padrão;
U – Umidade de condicionamento; T – Temperatura da matriz.

Tabela 20 – Resultado experimental obtido no índice de expansão* para os extrusados expandidos das frações de milho duro

Ensaio	Níveis reais		P100	P200	P300	P300R
	U (%)	T (°C)				
1	15,2	136	3,70±0,04	3,84±0,08	3,81±0,12	4,02±0,10
2	20,8	136	2,72±0,07	2,81±0,06	2,76±0,08	2,79±0,06
3	15,2	164	3,72±0,05	3,42±0,09	3,49±0,04	3,95±0,11
4	20,8	164	2,67±0,07	2,63±0,08	2,64±0,08	2,90±0,05
5	14,0	150	3,93±0,07	3,96±0,09	3,96±0,09	4,26±0,09
6	22,0	150	2,56±0,05	2,42±0,06	2,48±0,06	2,62±0,05
7	18,0	130	3,40±0,06	3,34±0,08	3,23±0,06	3,43±0,08
8	18,0	170	3,22±0,05	3,33±0,07	3,08±0,08	3,39±0,07
9	18,0	150	3,38±0,06	3,22±0,06	3,16±0,07	3,51±0,07
10	18,0	150	3,36±0,04	3,20±0,05	3,07±0,07	3,47±0,07
11	18,0	150	3,37±0,06	3,23±0,06	3,17±0,07	3,48±0,07

* Valores expressos pela média aritmética de 20 repetições±desvio padrão;

U – Umidade de condicionamento; T – Temperatura da matriz.

5.2.1.1 Índice de expansão de M100

O IE dos extrusados expandidos obtidos da fração M100 variaram entre 2,24 e 4,10 conforme exposto na Tabela 19. O efeito das variáveis independentes sobre a resposta está apresentado na Tabela 146 do Apêndice II, onde se verificou que somente a umidade linear possuiu influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$) sobre a resposta. Na Tabela 21 estão apresentados os coeficientes de regressão dos fatores estatisticamente significativos para a obtenção do modelo matemático ajustado de 1ª ordem linear (Equação 7).

Tabela 21 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração M100

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(9)	p-valor
Média	3,10	0,03	118,51	<0,001
Umidade (L)	-0,62	0,03	-20,24	<0,001

L – linear; $R^2 = 0,9785$.

$$IE = 3,10 - 0,62x_1$$

Equação 7

Onde:

IE = Índice de expansão;

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado.

A validade do modelo obtido foi garantida pela análise de variância (Tabela 22) onde os valores preditivos são explicados por um coeficiente de regressão de 97,85%, sendo o valor de $F_{\text{calculado}}$ 121,89 vezes maior que F_{tabelado} ($p < 0,10$) devido ao baixo resíduo obtido, o que garantiu a validade do processo, uma vez que o resíduo foi praticamente oriundo da falta de ajuste e não do erro puro, o que conferiu repetibilidade aos ensaios. Através da superfície de resposta (Figura 10) verificou-se que melhores resultados foram obtidos na menor umidade de condicionamento da fração M100 e que a temperatura da matriz não foi significativa dentro da faixa estudada.

Tabela 22 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração M100

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	3,09	1	3,09	409,56	<0,001
Resíduos	0,07	9	0,01		
Falta de ajuste	0,07	7	0,01		
Erro puro	<0,01	2	<0,01		
Total	3,16	10			

$R^2 = 0,9785$; $F_{1;9;0,90} = 3,36$.

5.2.1.2 Índice de expansão de M200

Conforme apresentado na Tabela 19, o IE da fração M200 variou de 2,42 a 3,90 nas condições de extrusão utilizadas. Segundo a análise dos efeitos das variáveis independentes apresentados na Tabela 147 do Apêndice II, somente a

temperatura quadrática não apresentou influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$).

A Tabela 23 apresenta os coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) ao IE da fração M200, o que permitiu a obtenção do modelo matemático ajustado de 2ª ordem mostrado na Equação 8.

A validade do modelo matemático ajustado pode ser entendida através da análise da Tabela 24 da análise de variância que explicou 99,33% das respostas obtidas, além disso, o valor de $F_{\text{calculado}}$ foi 70,20 vezes superior ao F_{tabelado} . A partir desses dados foi possível gerar a superfície de resposta (Figura 10) para visualizar a faixa de umidade de condicionamento e temperatura da matriz que resultaram em melhores respostas. Observou-se que maiores IE são obtidos na menor umidade de condicionamento e temperatura da matriz entre $-\alpha$ (120°C) e ponto central (145°C).

Tabela 23 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração M200

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(6)	p-valor
Média	3,00	0,02	131,26	<0,001
Umidade (L)	-0,56	0,02	-29,24	<0,001
Umidade (Q)	0,08	0,02	3,85	0,008
Temperatura (L)	-0,04	0,02	-2,28	0,063
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,12	0,03	4,23	0,005

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,9933$.

$$\text{IE} = 3,00 - 0,56x_1 - 0,04x_2 + 0,08x_1^2 + 0,12x_1x_2$$

Equação 8

Onde:

IE = Índice de expansão;

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

Tabela 24 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração M200

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	2,64	4	0,66	223,22	<0,001
Resíduos	0,02	6	<0,01		
Falta de ajuste	0,01	4	<0,01		
Erro puro	0,01	2	<0,01		
Total	2,65	10			

$R^2 = 0,9933$; $F_{4;6;0,90} = 3,18$.

Acredita-se que o aumento do número de fatores estatisticamente significativos encontrados para o IE da fração M200 em relação à M100 ocorreu em função da maior granulometria. A temperatura da matriz favoreceu a ruptura dos grânulos presentes e, além disso, o aumento da granulometria forneceu maior grau de cisalhamento durante o processo de extrusão como reportado por Colonna et al. (1989).

5.2.1.3 Índice de expansão de M500

O IE para os extrusados expandidos da fração M500 encontraram-se entre 2,08 e 3,84 (Tabela 19) para as faixas estudadas das variáveis independentes. Conforme Tabela 148 do Apêndice II, a análise de efeitos demonstrou que somente a temperatura linear apresentou efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$) sobre a variável dependente em estudo. Para análise dos coeficientes de regressão (Tabela 25) do IE foi mantido o efeito do termo linear da temperatura da matriz por ter apresentado p-valor (0,119) próximo ao nível de significância utilizado ($p < 0,10$). Conforme Rodrigues e lemma (2005), além da ferramenta estatística, é importante considerar o processo de produção e o bom senso investigativo para ignorar ou não algum fator durante o experimento. Harper (1994) e Huber (2001) citaram que a temperatura foi uma variável que apresentou influência na obtenção de extrusados expandidos quando o objetivo foi de avaliar o IE.

Tabela 25 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para o índice de expansão da fração M500

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(8)	p-valor
Média	2,87	0,04	65,61	<0,001
Umidade (L)	-0,66	0,05	-12,80	<0,001
Temperatura (L)	-0,09	0,05	-1,75	0,119

L – linear; $R^2 = 0,9542$.

A Equação 9 mostra o modelo matemático ajustado de 1ª ordem linear obtido através da análise dos coeficientes de regressão. O modelo obtido foi considerado válido através da análise de variância (Tabela 26), pois 95,42% dos valores experimentais foram obtidos pela equação. Como $F_{\text{calculado}}$ da análise de variância foi 26,83 vezes maior que F_{tabelado} , foi possível obter a superfície de resposta (Figura 10) para avaliar, dentro da faixa estudada, os melhores resultados. Estes foram obtidos utilizando-se menor umidade de condicionamento (14%) e temperatura da matriz entre 120 e 130°C.

$$IE = 2,87 - 0,66x_1 - 0,09x_2$$

Equação 9

Onde:

IE = Índice de expansão;

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

Tabela 26 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para o índice de expansão da fração M500

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	3,52	2	1,76	83,43	<0,001
Resíduos	0,17	8	0,02		
Falta de ajuste	0,17	6	0,03		
Erro puro	<0,01	2	<0,01		
Total	3,69	10			

$R^2 = 0,9542$; $F_{2;8;0,90} = 3,11$.

5.2.1.4 Índice de expansão de M500R

As variáveis independentes utilizadas no delineamento resultaram em IE que variou de 2,50 a 4,44 para a fração M500R (Tabela 19). Através da análise dos efeitos (Tabela 149 do Apêndice II) foi verificado que os fatores temperatura linear e interação da umidade e temperatura não apresentam-se estatisticamente significativos ($p < 0,10$). No entanto, para análise dos coeficientes de regressão (Tabela 27), a interação entre as variáveis independentes utilizadas foi mantida por apresentar p-valor de 0,111, considerado próximo ao nível de significância trabalhado (0,10).

Tabela 27 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para o índice de expansão da fração M500R

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(6)	p-valor
Média	3,26	0,03	110,88	<0,001
Umidade (L)	-0,73	0,02	-40,49	<0,001
Umidade (Q)	0,09	0,02	4,25	0,005
Temperatura (Q)	-0,12	0,02	-5,80	0,001
Umidade (L) x Temperatura (L)	-0,05	0,03	-1,87	0,111

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,9965$.

O modelo matemático ajustado de 2ª ordem elaborado através dos coeficientes de regressão está apresentado na Equação 10. A Tabela 28, da análise de variância, conferiu validade ao modelo devido à explicação de 99,65% dos valores preditivos. Considerando que $F_{\text{calculado}}$, da análise de variância, foi 134,83 vezes maior que F_{tabelado} como resultado do baixo resíduo obtido, foi gerada a superfície de resposta (Figura 10) para definir as regiões de interesse para o IE. Os melhores resultados foram encontrados na menor umidade de condicionamento (14%) e temperatura de matriz no ponto central (145°C).

$$IE = 3,26 - 0,73x_1 + 0,09x_1^2 - 0,12x_2^2 - 0,05x_1x_2$$

Equação 10

Onde:

IE = Índice de expansão;

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

Tabela 28 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para o índice de expansão da fração M500R

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	4,45	4	1,11	428,77	<0,001
Resíduos	0,02	6	<0,01		
Falta de ajuste	0,01	4	<0,01		
Erro puro	<0,01	2	<0,01		
Total	4,46	10			

$R^2 = 0,9965$; $F_{4;6;0,90} = 3,18$.

5.2.1.5 Índice de expansão de P100

Os valores experimentais obtidos para o IE da fração P100 estão descritos na Tabela 20. O valor mínimo obtido foi de 2,56 e máximo de 3,93 para as variáveis independentes estudadas. A Tabela 150 do Apêndice II demonstra os efeitos dessas variáveis no IE. Observou-se que somente a umidade (linear e quadrática) é estatisticamente significativa ($p < 0,10$). No entanto, somente a interação entre as variáveis independentes foi excluída para análise de coeficiente de regressão (Tabela 29), com isso, unicamente o termo linear da temperatura ficou com p-valor (0,124) acima do nível de significância utilizado (0,10), porém muito próximo. A partir dos coeficientes de regressão foi elaborado o modelo matemático ajustado de 2ª ordem (Equação 11).

Tabela 29 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para o índice de expansão da fração P100

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(6)	p-valor
Média	3,37	0,03	104,48	<0,001
Umidade (L)	-0,49	0,02	-25,01	<0,001
Umidade (Q)	-0,08	0,02	-3,44	0,014
Temperatura (L)	-0,04	0,02	-1,79	0,124
Temperatura (Q)	-0,05	0,02	-2,14	0,076

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,9907$.

$$IE = 3,37 - 0,49x_1 - 0,04x_2 - 0,08x_1^2 - 0,05x_2^2$$

Equação 11

Onde:

IE = Índice de expansão;

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

A análise de variância demonstrada na Tabela 30 validou o modelo matemático obtido garantindo a explicação de 99,07% das respostas experimentais. O valor de $F_{\text{calculado}}$ foi 50,46 vezes maior que F_{tabelado} . Isto permitiu a elaboração da superfície de resposta (Figura 10) para visualização da faixa ótima para o IE da fração P100. Maiores IE foram obtidos com umidade de condicionamento entre 14 e 15% e temperatura da matriz entre 130 e 160°C, dentro da faixa estudada.

Tabela 30 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para o índice de expansão da fração P100

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	2,00	4	0,50	160,45	<0,001
Resíduos	0,02	6	<0,01		
Falta de ajuste	0,02	4	<0,01		
Erro puro	<0,01	2	<0,01		
Total	2,02	10			

$R^2 = 0,9907$; $F_{4;6;0,90} = 3,18$.

5.2.1.6 Índice de expansão de P200

Os valores experimentais para o IE da fração P200 estão demonstrados na Tabela 20 e encontraram-se entre 2,42 e 3,96. Conforme análise de efeitos apresentados na Tabela 151 do Apêndice II, somente a umidade linear apresentou influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$) na variável dependente analisada. Na análise dos coeficientes de regressão (Tabela 31) foi incluído o termo linear da temperatura, o qual apresentou p-valor de 0,101, não podendo ser excluído por estar próximo ao nível de significância de 0,10. Através dos coeficientes de regressão foi possível obter o modelo matemático ajustado de 1ª ordem linear apresentado na Equação 12.

Tabela 31 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração P200

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(8)	p-valor
Média	3,22	0,04	90,80	<0,001
Umidade (L)	-0,50	0,04	-12,02	<0,001
Temperatura (L)	-0,08	0,04	-1,85	0,101

L – linear; $R^2 = 0,9487$.

$$IE = 3,22 - 0,50x_1 - 0,08x_2$$

Equação 12

Onde:

IE = Índice de expansão;

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

A Tabela 32 apresenta os resultados para análise de variância. Verificou-se que o modelo matemático obtido foi explicado por 94,87% das respostas. Considerando que $F_{\text{calculado}}$ foi 23,79 vezes maior que F_{tabelado} , foi possível gerar a superfície de resposta (Figura 10) para analisar as condições que satisfaçam o melhor resultado para IE. Valores de umidade de condicionamento de 14% e

temperatura de matriz entre 130 e 150°C maximizaram a resposta dentro da faixa estudada.

Tabela 32 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração P200

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	2,04	2	1,02	73,99	<0,001
Resíduos	0,11	8	0,01		
Falta de ajuste	0,11	6	0,02		
Erro puro	<0,01	2	<0,01		
Total	2,16	10			

$R^2 = 0,9487$; $F_{2;8;0,90} = 3,11$.

5.2.1.7 Índice de expansão de P300

As faixas utilizadas para as variáveis independentes resultaram em IE entre 2,48 e 3,96 (Tabela 20) para a fração P300 e os efeitos calculados estão apresentados na Tabela 152 do Apêndice II. Os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) nas respostas foram umidade e temperatura, ambos lineares. Os coeficientes de regressão obtidos com os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) estão apresentados na Tabela 33. A partir dos coeficientes de regressão foi elaborado o modelo matemático ajustado de 1ª ordem linear para o IE da fração P300 (Equação 13).

Tabela 33 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração P300

Fatores	Coefficiente de regressão	Erro padrão	t(8)	p-valor
Média	3,17	0,02	154,51	0,001
Umidade (L)	-0,50	0,02	-20,76	<0,001
Temperatura (L)	-0,08	0,02	-3,39	0,009

L – linear; $R^2 = 0,9822$.

$$IE = 3,17 - 0,50x_1 - 0,08x_2$$

Equação 13

Onde:

IE = Índice de expansão;

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

O modelo obtido foi válido, uma vez que o coeficiente de regressão da análise de variância (Tabela 34) foi de 98,22% e o valor de $F_{\text{calculado}}$ apresentou-se 71,12 vezes superior ao F_{tabelado} , o que garante as predições efetuadas. Com base nos resultados obtidos na análise de variância foi elaborada a superfície de resposta (Figura 10) para escolha da faixa de interesse que correspondeu ao melhor resultado para o IE.

Ficou evidenciado que umidade de condicionamento de 14% e temperatura da matriz entre 130 e 140°C resultaram no melhor IE dentro da faixa estudada.

Tabela 34 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração P300

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	2,05	2	1,02	221,19	<0,001
Resíduos	0,04	8	<0,01		
Falta de ajuste	0,03	6	0,01		
Erro puro	0,01	2	<0,01		
Total	2,08	10			

$R^2 = 0,9822$; $F_{2;8;0,90} = 3,11$.

5.2.1.8 Índice de expansão de P300R

O IE variou entre 2,62 e 4,26 para a fração P300R conforme Tabela 20. Os efeitos das variáveis independentes utilizadas no estudo estão apresentados

na Tabela 153 do Apêndice II, onde verificou-se que somente a temperatura linear não apresentou influência significativa sobre a resposta.

Na Tabela 35 estão discriminados os coeficientes de regressão dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) que permitiram a elaboração do modelo matemático ajustado de 2ª ordem (Equação 14) para o IE.

Tabela 35 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração P300R

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(6)	p-valor
Média	3,49	0,01	294,83	<0,001
Umidade (L)	-0,58	0,01	-79,38	<0,001
Umidade (Q)	-0,03	0,01	-2,99	0,024
Temperatura (Q)	-0,04	0,01	-4,74	0,003
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,04	0,01	4,39	0,005

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,9991$.

$$IE = 3,49 - 0,58x_1 - 0,03x_1^2 - 0,04x_2^2 + 0,04x_1x_2$$

Equação 14

Onde:

IE = Índice de expansão;

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

Através da análise de variância (Tabela 36) foi possível verificar a validade do modelo obtido por ter apresentado um coeficiente de regressão de 99,91%. Considerando que $F_{\text{calculado}}$ foi 498,92 vezes superior ao F_{tabelado} , tornou-se possível a geração da superfície de resposta (Figura 10) para visualizar a faixa que resultou nos melhores resultados de IE dentro da faixa estudada para as variáveis independentes. Valores de umidade de condicionamento de 14% e temperaturas da matriz entre 130 e 160°C resultaram na maximização do IE para os extrusados expandidos obtidos da fração P300R.

Tabela 36 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de expansão da fração P300R

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	2,66	4	0,67	1586,57	<0,001
Resíduos	<0,01	6	<0,01		
Falta de ajuste	<0,01	4	<0,01		
Erro puro	<0,01	2	<0,01		
Total	2,67	10			

$R^2 = 0,9991$; $F_{4;6;0,90} = 3,18$.

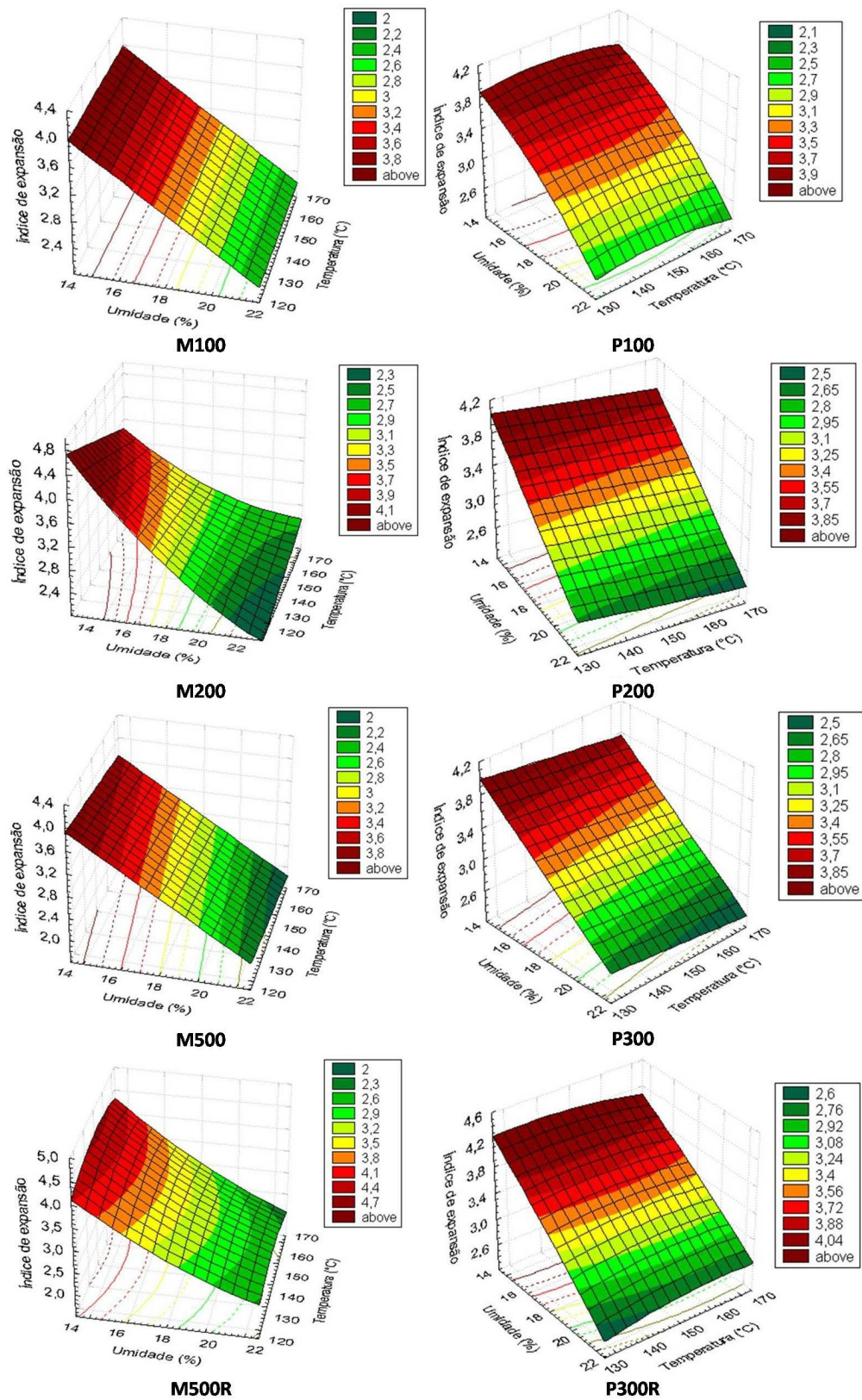


Figura 10 – Superfícies de resposta para índice de expansão dos extrusados expandidos das frações de milho dentado e duro.

5.2.1.9 Discussão do índice de expansão

A expansão pode ocorrer de forma anisotrópica (a propriedade física varia com a direção, por exemplo, formação de cristais) e isotrópica (propriedade física não varia com a direção, por exemplo, sólidos amorfos). A expansão anisotrópica tem maior importância na expansão longitudinal enquanto que a expansão isotrópica apresenta maior importância na expansão axial. Quando a energia mecânica específica aplicada no material extrusado aumenta, ocorre o rompimento do grânulo e a dextrinização do amido e quanto maior a granulometria, menor é o grau de dextrinização. Para ocorrer expansão isotrópica nos extrusados, é necessário certo grau de dextrinização do amido, para a formação do sólido amorfo com expansão uniforme (DESRUMAUX et al., 1998).

A temperatura da matriz apresentou melhores efeitos entre valores mínimos ($-\alpha$) e centrais (0) para a faixa estudada. Observou-se que o aumento da granulometria da matéria-prima requer maiores temperaturas para o processo.

A umidade de condicionamento que proporcionou melhores resultados para IE foi de 14%, o extremo inferior dentro da faixa estudada para todas as frações utilizadas. O processo não permite utilizar umidades de condicionamento menores pelo fato de ser limitante para o extrusor empregado. Segundo Colonna et al. (1989), extrusados expandidos à base de farinha de milho na presença de umidade entre 20 e 25% sofrem expansão significativa logo após transpor a matriz do extrusor, no entanto, o colapso iminente da estrutura devido ao rápido resfriamento sem a fixação desta, resultou num produto final com alta dureza. A diminuição do IE com o aumento da umidade de condicionamento também foi verificado por Jamim e Flores (1997), Whalen et al. (1997), Desrumaux et al. (1998), Zhang e Hosney (1998), Gujral et al. (2001), Alves e Grossman (2002), Brümer et al. (2002), Robutti et al. (2002), Thymi et al. (2005), Ferreira (2006) e Leoro (2007).

Os valores obtidos para IE mostraram que a granulometria apresentou maior influência no milho dentado, onde o aumento da granulometria apresentou

redução do IE com valores de 4,10, 3,90 e 3,84 nas condições de ensaio de umidade de condicionamento de 14% e temperatura da matriz de 145°C para as frações M100, M200 e M500, respectivamente. No caso do milho duro, a variação da granulometria não apresentou grande alteração para os valores máximos do IE. No entanto, a redução da granulometria apresentou grande diferença entre os valores encontrados. A redução de M500 para M500R resultou no aumento de aproximadamente 30% no IE enquanto que a fração P300, quando reduzida para P300R, aumentou apenas 8%.

Os melhores resultados obtidos na redução de granulometria para o milho dentado provavelmente devem-se a menor proporção de endosperma vítreo, responsável pelo maior grau de cisalhamento durante o processo de extrusão, o que favoreceu a gelatinização do amido e a formação do fluido viscoelástico responsável pela expansão da estrutura. A redução da partícula pode ter favorecido a homogeneidade das partículas e as reações necessárias para o processo (principalmente hidratação e fusão), facilitando a difusão de água durante o processo de condicionamento, a gelatinização do amido e a estrutura final do extrusado expandido.

As frações de milho duro apresentaram melhores IE pelo fato de que o período de pré-condicionamento permitiu tempo suficiente para equilíbrio hídrico entre o endosperma farináceo e vítreo presente, o que não ocorre na indústria, pois as matérias-primas utilizadas sofrem adequação de umidade no instante do processamento (ZHANG e HOSENEY, 1998).

As frações com maiores granulometrias apresentaram menores viscosidades durante a fase de aquecimento e final, como visto no comportamento viscoamilográfico das frações de milho. Fellows (2000) relatou que farinhas de milho na presença de água apresentaram propriedade dilatante, ou seja, a viscosidade aumentou com o aumento do grau de cisalhamento e temperatura. Zhang e Hoseneý (1998) citaram que materiais de alta viscosidade necessitaram de altas pressões para obterem ótimo IE, quando a viscosidade foi baixa e a

pressão muito alta, ocorreu ruptura da célula de ar formada e com isso ocorreu redução no IE. Com base nesta afirmação, justificou-se a obtenção de melhores IE nas temperaturas mais brandas de extrusão utilizadas. Além disso, Colonna et al. (1989) afirmaram que o aumento da temperatura resultou na dextrinização em altas proporções e no enfraquecimento da estrutura do amido e, com isso, na queda do IE.

Durante a difusão de água, ocorreu maior absorção pelo endosperma farináceo e com isso, o endosperma vítreo não fundiu completamente durante a extrusão, ou seja, não sofreu gelatinização completa, resultando na diminuição do IE devido ao resíduo de água disponível, que atuou como lubrificante e reduziu a viscosidade, ocorrendo menor pressão na matriz e fazendo com que a expansão do produto final foi comprometida devido à menor diferença de pressão com o ambiente (ZHANG e HOSENEY, 1998).

Foram obtidos coeficientes de correlação estatisticamente significativos ($p < 0,05$) entre IE e todas as variáveis dependentes estudadas conforme apresentado nas tabelas do Apêndice IV, onde maiores valores positivos de “r” foram obtidos entre IE e ISA (0,9659 para a fração M100) e negativos entre IE e FC (-0,9230 para a fração M200).

5.2.2 Força de compressão

A FC está diretamente relacionada com a textura dos extrusados expandidos e objetiva-se menor FC para que os extrusados expandidos apresentem-se com melhor textura (principalmente crocância e fraturabilidade) (ANTON e LUCIANO, 2007).

Os valores obtidos para a FC estão apresentados na Tabela 37 para os produtos obtidos das frações do milho dentado e na Tabela 38 para os produtos obtidos das frações do milho duro. Os valores encontrados para a FC variaram entre 14,53 e 42,63N, correspondentes ao ensaio 5 da fração M200 e ao ensaio 6

da fração P300R, respectivamente. Contrário ao IE, a FC apresentou valores mínimos e máximos em ensaios distintos para as frações em estudo.

Tabela 37 – Resultado experimental obtido na força de compressão* (N) para os extrusados expandidos das frações de milho dentado

Ensaio	Níveis reais		M100	M200	M500	M500R
	U (%)	T (°C)				
1	15,2	127	22,62±2,35	15,79±2,10	21,23±1,66	17,67±2,11
2	20,8	127	37,65±4,39	26,28±5,19	26,06±4,45	30,46±6,94
3	15,2	163	21,60±2,17	16,76±1,56	19,88±2,02	17,35±1,71
4	20,8	163	34,73±6,42	23,38±4,83	25,35±3,85	25,05±4,22
5	14,0	145	19,52±1,92	14,53±2,36	16,61±1,55	16,86±2,27
6	22,0	145	34,47±5,09	28,15±4,10	24,21±6,85	26,70±3,10
7	18,0	120	31,79±4,60	20,12±3,29	23,62±3,64	26,21±5,08
8	18,0	170	25,16±3,60	18,71±2,05	22,17±2,98	24,94±3,32
9	18,0	145	28,91±4,16	20,77±2,14	21,62±3,46	21,27±1,70
10	18,0	145	26,95±3,13	19,25±2,32	23,15±3,91	24,30±3,28
11	18,0	145	25,34±2,76	18,82±2,65	22,70±2,78	22,98±3,12

* Valores expressos pela média aritmética de 15 repetições±desvio padrão;

U – Umidade de condicionamento; T – Temperatura da matriz.

Tabela 38 – Resultado experimental obtido na força de compressão* (N) para os extrusados expandidos das frações de milho duro

Ensaio	Níveis reais		P100	P200	P300	P300R
	U (%)	T (°C)				
1	15,2	136	17,26±2,11	18,10±1,80	22,46±2,85	23,86±3,01
2	20,8	136	27,20±3,38	21,92±4,94	28,05±3,31	35,54±5,82
3	15,2	164	20,36±3,21	23,19±1,98	24,43±2,90	22,09±2,75
4	20,8	164	25,60±3,21	28,80±3,10	30,62±4,08	27,38±3,72
5	14,0	150	19,25±2,22	18,48±1,89	18,83±2,38	19,16±2,46
6	22,0	150	25,35±5,03	24,91±2,83	32,23±4,97	42,63±4,20
7	18,0	130	21,67±2,46	19,29±2,70	26,82±2,63	24,78±2,29
8	18,0	170	19,81±2,84	18,68±3,22	23,38±3,20	22,76±2,51
9	18,0	150	20,97±3,35	19,42±2,01	21,74±2,20	24,00±3,73
10	18,0	150	19,48±2,74	19,82±2,24	22,60±3,10	24,63±3,18
11	18,0	150	20,05±3,67	19,44±2,92	23,28±3,61	24,88±4,43

* Valores expressos pela média aritmética de 15 repetições±desvio padrão;

U – Umidade de condicionamento; T – Temperatura da matriz.

5.2.2.1 Força de compressão de M100

Os valores experimentais obtidos para a FC da fração M100 variaram entre 19,52 e 37,65N (Tabela 37). Dentre as variáveis independentes utilizadas, somente a umidade e a temperatura, ambas lineares, apresentaram efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$) (Tabela 154 do Apêndice II). Através dos coeficientes de regressão expostos na Tabela 39 dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) foi elaborado o modelo matemático ajustado de 1ª ordem linear para a FC (Equação 15).

Tabela 39 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a força de compressão da fração M100

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(8)	p-valor
Média	28,07	0,56	50,33	<0,001
Umidade (L)	6,17	0,65	9,43	<0,001
Temperatura (L)	-1,67	0,65	-2,54	0,034

L – linear; $R^2 = 0,9226$.

$$FC = 28,07 + 6,17x_1 - 1,67x_2$$

Equação 15

Onde:

FC = Força de compressão (N);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

Através da análise de variância (Tabela 40) pode-se verificar a validade do modelo devido ao coeficiente de determinação de 92,26%. Ponderando que $F_{\text{calculado}}$ foi 15,33 vezes superior ao F_{tabelado} , foi possível elaborar a superfície de resposta (Figura 11), com o intuito de observar o intervalo das variáveis independentes que implicam em melhores resultados para FC. Umidade de condicionamento de 14% e temperatura da matriz entre 150 e 170°C favoreceram menores valores para a variável dependente em estudo.

Tabela 40 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a força de compressão da fração M100

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	326,10	2	163,05	47,67	<0,001
Resíduos	27,37	8	3,42		
Falta de ajuste	20,96	6	3,49		
Erro puro	6,41	2	3,20		
Total	353,46	10			

$R^2 = 0,9226$; $F_{2;8;0,90} = 3,11$.

5.2.2.2 Força de compressão de M200

A FC para os extrusados expandidos da fração M200 estão apresentados na Tabela 37 e variaram entre 14,53 e 28,15N. Os efeitos das variáveis independentes encontram-se na Tabela 155 do Apêndice II e unicamente a temperatura (linear e quadrática) não apresentou influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$) sobre as respostas experimentais. Entretanto, o p-valor para a temperatura linear encontrou-se próximo ao nível de significância utilizado (0,10), sendo por isso mantido para obter os coeficientes de regressão (Tabela 41), onde sua significância foi validada pelo p-valor obtido de 0,088.

Tabela 41 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para a força de compressão da fração M200

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(6)	p-valor
Média	19,56	0,29	68,40	<0,001
Umidade (L)	4,55	0,24	18,91	<0,001
Umidade (Q)	0,93	0,27	3,38	0,015
Temperatura (L)	-0,49	0,24	-2,04	0,088
Umidade (L) x Temperatura (L)	-0,97	0,34	-2,85	0,029

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,9845$.

Através dos valores obtidos dos coeficientes de regressão foi elaborado o modelo matemático ajustado de 2ª ordem apresentado na Equação 16. A análise de variância (Tabela 42) apresentou coeficiente de determinação de 98,45%, garantindo as previsões do modelo. Considerando que $F_{\text{calculado}}$ foi 29,96 maior que F_{tabelado} , gerou-se a superfície de resposta (Figura 11) para identificar os valores que proporcionaram menores valores para FC. Estes valores foram obtidos com 14% para umidade de condicionamento e temperatura da matriz entre 120 e 130°C.

$$FC = 19,56 + 4,55x_1 - 0,49x_2 + 0,93x_1^2 - 0,97x_1x_2$$

Equação 16

Onde:

FC = Força de compressão (N);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

Tabela 42 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para a força de compressão da fração M200

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	176,29	4	44,07	95,28	<0,001
Resíduos	2,78	6	0,46		
Falta de ajuste	0,69	4	0,17		
Erro puro	2,09	2	1,05		
Total	179,06	10			

$R^2 = 0,9845$; $F_{4;6;0,90} = 3,18$.

5.2.2.3 Força de compressão de M500

Os valores apresentados na Tabela 37 demonstraram que a FC para os extrusados expandidos da fração M500 encontraram-se entre 16,61 e 26,06N. Apenas a umidade linear apresentou efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$) sobre a resposta, conforme Tabela 156 do Apêndice II. Embora o p-valor do termo quadrático da umidade ter sido alto (0,195), quando ignorados os demais fatores

que não foram significativos ao processo, observou-se, na Tabela 43 dos coeficientes de regressão, que o p-valor decresceu até 0,096 em função do aumento do coeficiente de regressão em relação ao efeito, sendo por isso mantido para a elaboração do modelo matemático ajustado de 2ª ordem para a FC (Equação 17).

Tabela 43 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para a força de compressão da fração M500

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(8)	p-valor
Média	23,03	0,46	49,66	<0,001
Umidade (L)	2,63	0,39	6,75	<0,001
Umidade (Q)	-0,84	0,45	-1,88	0,096

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,8598$.

$$FC = 23,03 + 2,63x_1 - 0,84x_1^2$$

Equação 17

Onde:

FC = Força de compressão (N);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado.

Baseando-se na Tabela 44 da análise de variância, o modelo preditivo foi válido e explicado por um coeficiente de determinação de 85,98%, com teste F indicando que $F_{\text{calculado}}$, em relação à F_{tabelado} , apresentou-se 7,89 vezes superior. Com base nisto, foi elaborada a superfície de resposta (Figura 11) para visualizar a faixa que determina os melhores resultados, o que foi atingido com umidade de condicionamento de 14%, sendo que a temperatura da matriz, dentro da faixa estudada, não influencia na resposta experimental.

Tabela 44 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para a força de compressão da fração M500

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	59,69	2	29,84	24,54	<0,001
Resíduos	9,73	8	1,22		
Falta de ajuste	8,49	6	1,42		
Erro puro	1,24	2	0,62		
Total	69,42	10			

$R^2 = 0,8598$; $F_{2;8;0,90} = 3,11$.

5.2.2.4 Força de compressão de M500R

A FC dos extrusados expandidos da fração M500R variou entre 16,86 e 30,46N (Tabela 37). A umidade linear apresentou influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$) para os efeitos das variáveis independentes (Tabela 157 do Apêndice II).

Ao se trabalhar os coeficientes de regressão apresentados na Tabela 45, optou-se em considerar a influência da temperatura quadrática sobre a resposta por apresentar p-valor (0,133) próximo ao nível de significância utilizado (0,10). Sendo assim, foi elaborado o modelo matemático ajustado de 2ª ordem apresentado na Equação 18.

Tabela 45 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para a força de compressão da fração M500R

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(8)	p-valor
Média	22,10	0,83	26,58	<0,001
Umidade (L)	4,31	0,70	6,15	<0,001
Temperatura (Q)	1,34	0,80	1,67	0,133

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,8356$.

$$FC = 22,10 + 4,31x_1 + 1,34x_2^2$$

Equação 18

Onde:

FC = Força de compressão (N);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

A análise de variância (Tabela 46) apresentou coeficiente de determinação de 83,56% e valor de $F_{\text{calculado}}$ 6,54 maior que F_{tabelado} , garantindo a validade do modelo ajustado e permitindo a elaboração da superfície de resposta (Figura 11), que demonstrou a umidade de condicionamento de 14% e a temperatura da matriz entre 130 e 160°C como as melhores condições para obter-se FC com menores valores.

Tabela 46 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para a força de compressão da fração M500R

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	158,97	2	79,49	20,33	<0,001
Resíduos	31,27	8	3,91		
Falta de ajuste	26,65	6	4,44		
Erro puro	4,63	2	2,31		
Total	190,25	10			

$R^2 = 0,8356$; $F_{2;8;0,90} = 3,11$.

5.2.2.5 Força de compressão de P100

Conforme Tabela 38, as respostas obtidas para a FC da fração P100 encontraram-se entre 17,26 e 27,20N. A análise dos efeitos da umidade de condicionamento e da temperatura da matriz (Tabela 158 do Apêndice II) demonstrou que apenas o primeiro fator apresentou influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$).

No entanto, observou-se na Tabela 47 que, incluindo somente a temperatura da matriz ao resíduo, a interação entre umidade e temperatura mostrou comportamento relevante sobre a resposta, pois apresentou p-valor (0,126) próximo ao nível de significância utilizado (0,10) e sendo por esse motivo mantido para a geração do modelo matemático ajustado de 2ª ordem (Equação 19).

Tabela 47 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para a força de compressão da fração P100

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(7)	p-valor
Média	20,69	0,57	36,37	<0,001
Umidade (L)	2,98	0,48	6,22	<0,001
Umidade (Q)	1,18	0,55	2,16	0,067
Umidade (L) x Temperatura (L)	-1,18	0,68	-1,74	0,126

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,8690$.

$$FC = 20,69 + 2,98x_1 + 1,18x_1^2 - 1,18x_1x_2$$

Equação 19

Onde:

FC = Força de compressão (N);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

A validade do modelo pode ser argumentada através da explicação das respostas obtidas pelo coeficiente de determinação de 86,90% (Tabela 48). Além disso, através de teste F, o valor de $F_{\text{calculado}}$ foi 5,04 vezes maior que F_{tabelado} , o que permitiu a geração da superfície de resposta (Figura 11), que indicou que umidade de condicionamento de 14% e temperatura de matriz de 130°C resultaram em extrusados expandidos com menor FC.

Tabela 48 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para a força de compressão da fração P100

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	84,99	3	28,33	15,48	0,002
Resíduos	12,81	7	1,83		
Falta de ajuste	11,68	5	2,34		
Erro puro	1,13	2	0,57		
Total	97,81	10			

$R^2 = 0,8690$; $F_{3;7;0,90} = 3,07$.

5.2.2.6 Força de compressão de P200

As respostas para a FC demonstraram, através da Tabela 38, uma variação entre 18,10 e 28,80N. O efeito causado pelas variáveis independentes em estudo está apresentado na Tabela 49. Observou-se que apenas a umidade linear mostrou influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$).

Tabela 49 – Análise de efeitos para força de compressão da fração P200

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	19,55*	1,52	12,85	<0,001
Umidade (L)	4,64*	1,87	2,49	0,055
Umidade (Q)	3,49	2,23	1,57	0,177
Temperatura (L)	2,79	1,87	1,49	0,195
Temperatura (Q)	0,77	2,23	0,35	0,744
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,89	2,64	0,34	0,749

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,6877$;

L – linear; Q – quadrático.

Entretanto, a análise de variância (Tabela 195 do Apêndice III) evidenciou que o baixo coeficiente de determinação (68,77%) e $F_{\text{calculado}}$ inferior ao F_{tabelado} impossibilitou a elaboração do modelo preditivo e a geração da superfície de resposta.

5.2.2.7 Força de compressão de P300

A FC para os extrusados expandidos da fração P300 encontraram-se entre 18,83 e 32,23N (Tabela 38) para as faixas estudadas das variáveis independentes. Conforme expresso na Tabela 159 do Apêndice II, somente umidade (linear e quadrática) apresentaram influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$) sobre a resposta experimental.

A temperatura (quadrática) foi mantida para o cálculo dos coeficientes de regressão (Tabela 50) por apresentar-se estatisticamente significativo após a inclusão da temperatura (linear) e a interação entre umidade e temperatura nos resíduos. O modelo matemático ajustado de 2ª ordem elaborado a partir dos coeficientes de regressão está apresentado na Equação 20.

Tabela 50 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a força de compressão da fração P300

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(7)	p-valor
Média	22,54	1,00	22,50	<0,001
Umidade (L)	3,84	0,61	6,26	<0,001
Umidade (Q)	1,77	0,73	2,42	0,046
Temperatura (Q)	1,55	0,73	2,12	0,072

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,8709$.

$$FC = 22,54 + 3,84x_1 + 1,77x_1^2 + 1,55x_2^2$$

Equação 20

Onde:

FC = Força de compressão (N);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperaturation matriz em nível codificado.

Notou-se que o modelo elaborado foi válido, pois a análise de variância (Tabela 51) explicou 87,09% das respostas obtidas através do coeficiente de determinação. Considerando que $F_{\text{calculado}}$ foi 5,13 vezes maior que F_{tabelado} , foi possível gerar a superfície de resposta (Figura 11) que indicou que umidade de

condicionamento entre 14 e 15% e temperatura de matriz próxima a 150°C resultaram em menores valores para a FC dentro da faixa estudada.

Tabela 51 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a força de compressão da fração P300

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	142,09	3	47,36	15,74	0,002
Resíduos	21,06	7	3,01		
Falta de ajuste	19,87	5	3,97		
Erro puro	1,19	2	0,60		
Total	163,15	10			

$R^2 = 0,8709$; $F_{3;7;0,90} = 3,07$.

5.2.2.8 Força de compressão de P300R

As respostas experimentais para a FC da fração P300R estão apresentadas na Tabela 38. Somente a umidade de condicionamento apresentou efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$) sobre a FC (Tabela 160 do Apêndice II).

Através da Tabela 52 dos coeficientes de regressão foi elaborado o modelo preditivo ajustado (Equação 21) para a FC e a validade do modelo foi garantida pela explicação de 84,20% das respostas pelo coeficiente de determinação da análise de variância (Tabela 53).

Tabela 52 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a força de compressão da fração P300R

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(8)	p-valor
Média	24,13	1,26	19,20	<0,001
Umidade (L)	6,28	1,06	5,93	<0,001
Umidade (Q)	3,30	1,21	2,73	0,026

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,8420$.

$$FC = 24,13 + 6,28x_1 + 3,30x_1^2$$

Equação 21

Onde:

FC = Força de compressão (N);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado.

Ponderando que $F_{\text{calculado}}$ foi 6,85 vezes maior que F_{tabelado} foi gerada a superfície de resposta, mostrada na Figura 11, que indicou umidade de condicionamento entre 14 e 16% como responsável por menores FC sobre o produto final.

Tabela 53 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a força de compressão da fração P300R

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	380,79	2	190,39	21,32	0,001
Resíduos	71,44	8	8,93		
Falta de ajuste	71,03	6	11,84		
Erro puro	0,41	2	0,21		
Total	452,22	10			

$R^2 = 0,8420$; $F_{2;8;0,90} = 3,11$.

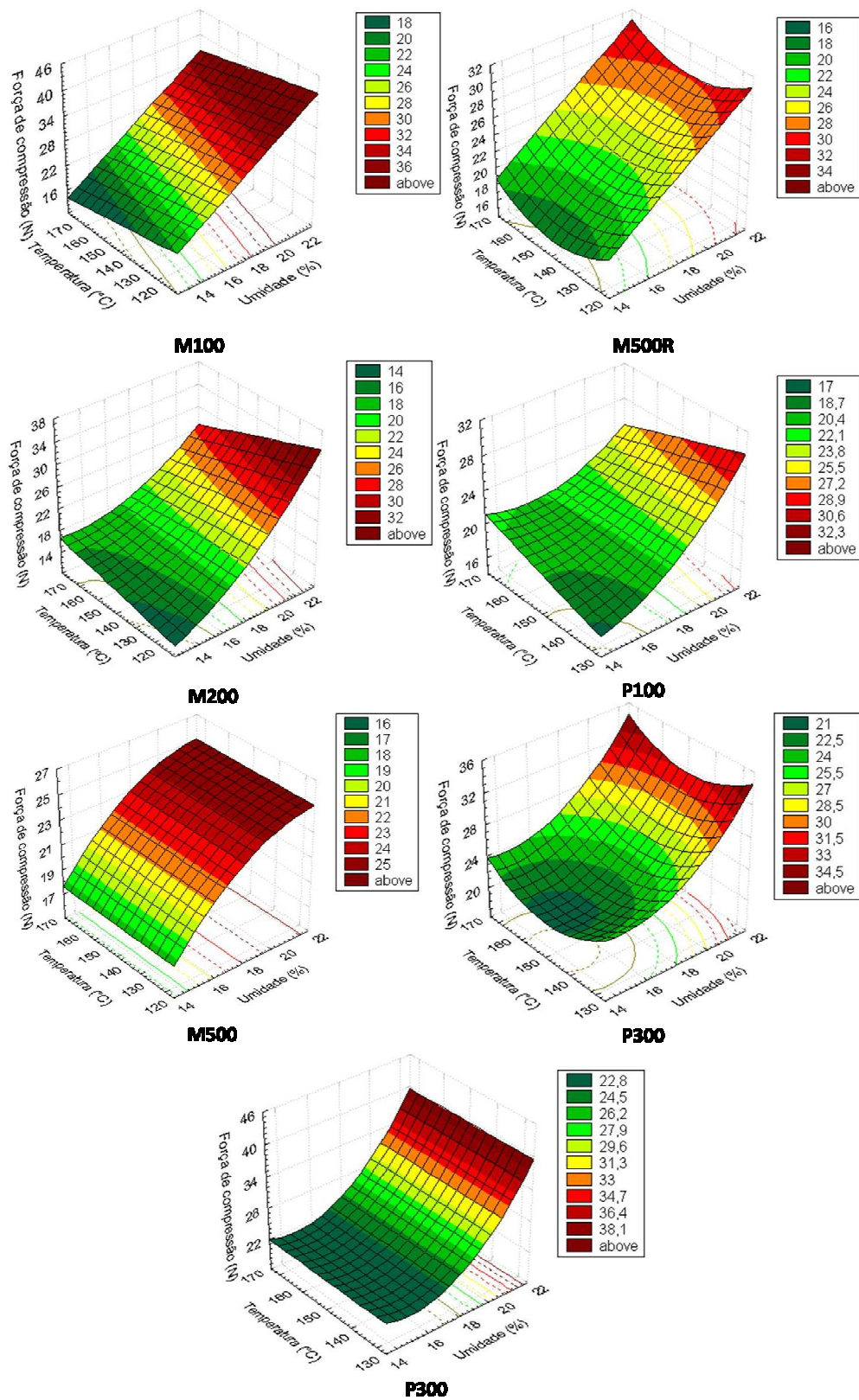


Figura 11 – Superfícies de resposta para a força de compressão dos extrusados expandidos das frações de milho dentado e duro.

5.2.2.9 Discussão da força de compressão

Em geral, extrusados expandidos com menores valores para FC foram obtidos na umidade de condicionamento inferior (14%) e temperaturas de matriz entre o mínimo (120 e 130°C para frações de milho dentado e duro, respectivamente) e o ponto central (145 e 150°C para frações de milho dentado e duro, respectivamente), dentro das faixas estudadas. Segundo Anton e Luciano (2007), a aceitação de produtos expandidos pelo consumidor é altamente influenciada pela dureza do produto, sendo a crocância e a fraturabilidade os parâmetros mais importantes para a textura. Extrusados expandidos devem apresentar rápida queda na força necessária para mastigação, fator atribuído ao rompimento da estrutura porosa, susceptibilidade à quebra e fragilidade do produto final.

A FC está diretamente relacionada com o IE, pois a dureza do produto final é função da porosidade e uniformidade das células de ar, com paredes finas, formadas no produto durante o processo de extrusão, sendo altamente influenciadas pela umidade de condicionamento da matéria-prima e pelo tamanho da partícula (granulometria) (COLONNA et al., 1989; DING et al., 2005; ANTON e LUCIANO, 2007).

Foram obtidos coeficientes de correlação negativos e lineares entre a força de compressão e o índice de expansão como visto na Figura 12 (a), onde o menor valor para “r” foi obtido para a fração P200 (-0,7617) e a maior em M200 (-0,9230). O comportamento entre o índice de expansão e a força de compressão dos extrusados expandidos obtidos da fração M200 está apresentado na Figura 12 (b). Os demais coeficientes de correlação entre FC e as variáveis dependentes estão apresentados nas tabelas do Apêndice IV.

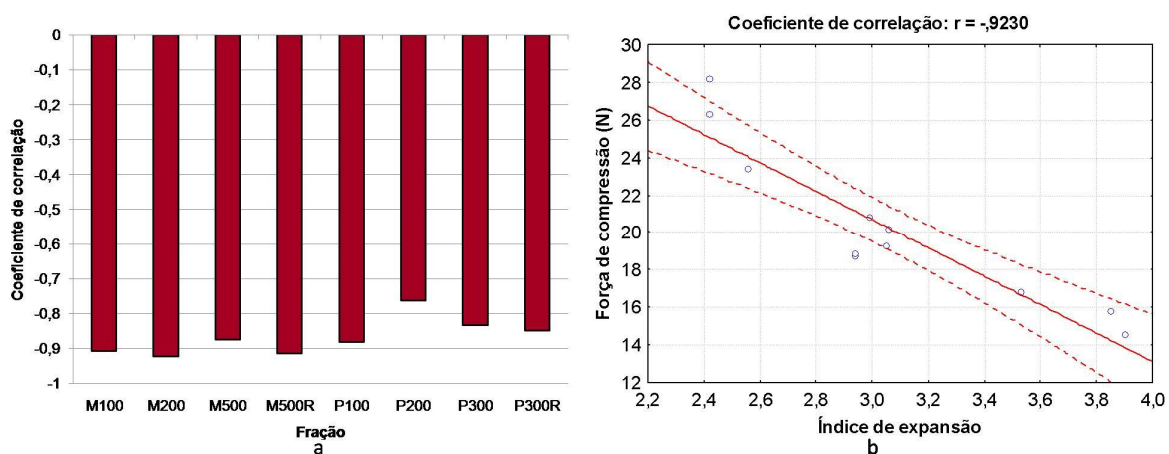


Figura 12 – Coeficientes de correlação entre força de compressão e índice de expansão de todas as frações (a) e de M200 (b).

Em altas umidades, a água atua como plastificante sobre o material polimérico (amido) provocando a redução no grau de cisalhamento, da energia mecânica e da viscosidade durante o deslocamento dentro do extrusor e, dessa forma, dificulta a expansão das células de ar ao transpor a matriz, conferindo ao produto uma forma densa e de baixa crocância (DING et al., 2006).

Ficou evidenciado que o comportamento da FC foi diferente para as variedades de milho utilizadas. Os produtos finais das frações de milho dentado apresentaram maiores valores de FC para a fração com menor granulometria (M100) e a fração intermediária apresentou os melhores resultados.

A umidade de condicionamento apresentou influência na textura dos extrusados expandidos, onde em geral, menores umidades resultaram em produtos com textura mais crocante e menor dureza. A temperatura de matriz apresentou maior influência para o milho duro e para as frações com maiores granulometrias.

Em geral, temperaturas brandas de extrusão resultaram em produtos com menores valores de FC, exceto para a fração reduzida do milho duro (P300R). Este comportamento provavelmente está atribuído ao efeito das altas temperaturas sobre a viscosidade do material durante o processo de extrusão.

Quando são utilizadas altas temperaturas, o material fundido apresenta baixa viscosidade, o que promove redução no IE após a saída do material pela matriz, devido à baixa capacidade de retenção de ar e a possível dextrinização. Para Colonna et al. (1989), Miller e Mulvaney (2000) e Strahm (2000), o uso de partículas maiores para o processo de extrusão em extrusores mono-rosca utilizadas em escala laboratorial resultou na incompleta fusão do material, permanecendo partículas intactas que resultaram em estrutura heterogênea no produto final, responsável pela queda no IE e, conseqüentemente, maiores forças foram necessárias para quebrar o extrusado.

O efeito positivo da temperatura da matriz sobre a FC dos produtos obtidos da fração P300R (fração reduzida de P300) pode ser atribuído à presença de maior quantidade de endosperma vítreo com tamanho de partícula menor. Com isso, ocorreu maior atrito dentro do extrusor e o aumento da temperatura de extrusão incidiu em melhor fusão da fração utilizada, favorecendo o IE e proporcionando produtos de menor dureza. A redução de granulometria favoreceu a textura dos extrusados para ambas as variedades de milho utilizadas, ficando mais evidenciado para o milho duro.

O efeito do tamanho da partícula sobre as características estruturais de extrusados expandidos foi discutido por Desrumaux et al. (1998) utilizando 6 frações de *grits* de milho com tamanho médio de partícula entre 101 e 518 μ m. Os produtos finais foram obtidos com extrusor dupla-rosca (CLEXTRAL BC-45) operando em co-rotação e os parâmetros de extrusão para matéria-prima foram de 18,4% de umidade de condicionamento e temperatura de matriz de 150°C, com matriz de 1,5mm de diâmetro. Os autores verificaram que o aumento do tamanho da partícula resultou em redução do IE. Segundo estes autores, maiores valores de IE foram responsáveis pela formação de células menores e uniformes, resultando em produtos com menor dureza.

Utilizando extrusor mono-rosca Brabender, Leoro (2007) avaliou a influência da adição de farelo de maracujá em extrusados expandidos e verificou

teores de FC entre 9,36 e 25,73N, enquanto Ferreira (2006) encontrou valores de FC entre 15 e 47N incorporando farelo de trigo aos extrusados expandidos. Ambos os autores relataram que o efeito principal na dureza do produto é oriundo da umidade de condicionamento, indicando menores valores de FC com a diminuição da umidade de condicionamento da matéria-prima.

Borba (2005) citou, em estudo onde avaliou o efeito da umidade de condicionamento, temperatura de processo e rotação da rosca em farinha de batata-doce utilizando extrusor mono-rosca IMBRA RX, que a dureza do produto extrusado foi menor em baixos valores de umidade de condicionamento. A autora obteve valores altos de dureza, entre 35,5 e 59,6lbf/g (157,91 e 265,11N), variando a umidade da farinha entre 13 e 23%.

Extrusados expandidos de farinha de cará com umidade variando entre 16 e 24%, temperatura de extrusora entre 120 e 180°C e rotação de rosca constante em 150rpm em extrusor mono-rosca CT-L5, Alves e Grossmann (2002) encontraram menores valores de dureza (entre 7,43 e 11,87N) para o produto final em baixos valores de umidade. Comportamento semelhante foi verificado por Sébio (1996) ao extrusar farinha de inhame em extrusor mono-rosca Brabender com umidade entre 18 e 26%, temperatura de extrusora de 100 a 150°C e rotação de rosca entre 100 e 200rpm, onde reportou valores de dureza entre 3,98 e 13,27Kgf (39,03 e 130,05N).

5.2.3 Índice de absorção de água

O IAA tem como embasamento a capacidade de formação de gel pela amostra que apresenta fundamentalmente material polimérico na estrutura, como o amido, considerada em base seca. Ponderando que é uma particularidade física, a área superficial é de extrema importância para determinação do IAA (COLONNA et al, 1989).

Os valores experimentais obtidos para os produtos extrusados em relação ao IAA estão apresentados na Tabela 54 para produtos oriundos da extrusão das frações de milho dentado e na Tabela 55 para o milho duro. Observou-se que os valores variaram entre 6,49 e 9,44, onde o valor mínimo corresponde ao ensaio 6 da fração M100 e o máximo ao ensaio 5 da fração P300R. Este comportamento foi verificado em quase todas as frações onde o valor mínimo condiz com o ensaio de maior umidade e o valor máximo com o de menor umidade, exceto para as frações M500R, P200 e P300.

Tabela 54 – Resultado experimental obtido no índice de absorção de água* para os extrusados expandidos das frações de milho dentado

Ensaio	Níveis reais		M100	M200	M500	M500R
	U (%)	T (°C)				
1	15,2	127	8,12±0,07	7,60±0,02	7,86±0,07	8,36±0,01
2	20,8	127	6,72±0,02	7,00±0,02	7,39±0,03	6,76±0,02
3	15,2	163	8,02±0,03	7,72±0,02	8,29±0,31	8,18±0,03
4	20,8	163	6,59±0,03	6,95±0,04	7,57±0,02	7,28±0,01
5	14,0	145	8,55±0,08	8,06±0,03	8,37±0,02	8,53±0,03
6	22,0	145	6,46±0,02	6,71±0,02	6,78±0,08	6,90±0,03
7	18,0	120	6,88±0,02	7,46±0,01	8,23±0,02	7,46±0,02
8	18,0	170	7,72±0,01	7,21±0,02	7,66±0,02	7,13±0,01
9	18,0	145	7,15±0,01	7,53±0,02	7,40±0,33	8,33±0,01
10	18,0	145	8,01±0,06	7,81±0,03	8,04±0,01	7,30±0,24
11	18,0	145	7,22±0,01	7,44±0,04	7,87±0,02	7,15±0,04

* Valores expressos pela média aritmética de 3 repetições±desvio padrão;
U – Umidade de condicionamento; T – Temperatura da matriz.

Tabela 55 – Resultado experimental obtido no índice de absorção de água* para os extrusados expandidos das frações de milho duro

Ensaio	Níveis reais		P100	P200	P300	P300R
	U (%)	T (°C)				
1	15,2	136	8,43±0,21	8,17±0,05	8,74±0,10	9,13±0,02
2	20,8	136	7,71±0,02	8,12±0,11	8,58±0,18	7,94±0,11
3	15,2	164	8,20±0,05	8,10±0,10	8,44±0,22	9,06±0,04
4	20,8	164	7,61±0,02	7,84±0,04	7,99±0,06	7,98±0,04
5	14,0	150	8,49±0,03	8,41±0,13	8,73±0,01	9,44±0,03
6	22,0	150	7,19±0,05	7,64±0,28	8,66±0,14	7,93±0,02
7	18,0	130	8,39±0,02	8,48±0,25	8,35±0,31	9,19±0,05
8	18,0	170	7,83±0,04	7,89±0,38	8,25±0,07	8,51±0,05
9	18,0	150	7,98±0,08	8,13±0,06	8,70±0,03	8,55±0,09
10	18,0	150	8,19±0,03	7,83±0,25	8,13±0,08	8,59±0,02
11	18,0	150	7,84±0,02	8,10±0,10	8,32±0,09	8,69±0,02

* Valores expressos pela média aritmética de 3 repetições±desvio padrão;
U – Umidade de condicionamento; T – Temperatura da matriz.

5.2.3.1 Índice de absorção de água de M100

Os valores de IAA para os extrusados expandidos da fração M100 encontraram-se entre 6,71 e 8,06 (Tabela 54). Somente a umidade linear apresentou efeito estatisticamente significativo ($p<0,10$) sobre a variável dependente (Tabela 161 do Apêndice II).

A partir dos coeficientes de regressão da Tabela 56 foi elaborado o modelo preditivo ajustado de 1ª ordem linear para o IAA apresentado na Equação 22. Com base na análise de variância (Tabela 57), que explicou 82,64% das respostas obtidas através do coeficiente de determinação, o modelo foi considerado válido.

Tabela 56 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p<0,10$) para o índice de absorção de água da fração M100

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(9)	p-valor
Média	7,40	0,09	78,32	<0,001
Umidade (L)	-0,73	0,11	-6,55	<0,001

L – linear; $R^2 = 0,8264$.

$$IAA = 7,40 - 0,73x_1$$

Equação 22

Onde:

IAA = Índice de absorção de água;

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado.

Considerando que $F_{\text{calculado}}$ foi 12,75 vezes maior que F_{tabelado} , foi possível elaborar a superfície de resposta apresentada na Figura 13, que traduziu em um comportamento inversamente proporcional entre IAA e umidade de condicionamento, onde maiores valores de IAA foram obtidos com menor umidade de condicionamento (14%), independente da temperatura de matriz empregada.

Tabela 57 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de absorção de água da fração M100

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	4,21	1	4,21	42,84	<0,001
Resíduos	0,88	9	0,10		
Falta de ajuste	0,43	7	0,06		
Erro puro	0,46	2	0,23		
Total	5,09	10			

$R^2 = 0,8264$; $F_{1,9;0,90} = 3,36$.

5.2.3.2 Índice de absorção de água de M200

Com valores que variaram entre 6,71 e 8,06, o IAA resultante dos produtos da fração M200 encontram-se na Tabela 54. Através da análise dos efeitos (Tabela 162 do Apêndice II) das variáveis independentes sobre os valores experimentais verificou-se que somente o termo linear da umidade apresentou-se estatisticamente significativa ($p < 0,10$). No entanto, o efeito do termo quadrático, tanto da temperatura como da umidade, apresentaram p-valor próximo ao nível de significância utilizado, o que acentua-se na análise da Tabela 58 dos coeficientes

de regressão, onde o termo quadrático da temperatura tornou-se estatisticamente significativa ($p < 0,10$).

Tabela 58 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para o índice de absorção de água da fração M200

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(7)	p-valor
Média	7,59	0,09	88,95	<0,001
Umidade (L)	-0,41	0,05	-7,84	<0,001
Umidade (Q)	-0,11	0,06	-1,83	0,110
Temperatura (Q)	-0,14	0,06	-2,23	0,061

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,9066$.

O modelo matemático ajustado de 2ª ordem elaborado a partir dos coeficientes de regressão está apresentado na Equação 23. Este modelo foi validado através da análise de variância exposta na Tabela 59 com explicação de 90,66% das respostas pelo coeficiente de determinação.

$$IAA = 7,59 - 0,41x_1 - 0,11x_1^2 - 0,14x_2^2$$

Equação 23

Onde:

IAA = Índice de absorção de água;

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

Tabela 59 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para o índice de absorção de água da fração M200

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	1,49	3	0,50	22,66	<0,001
Resíduos	0,15	7	0,02		
Falta de ajuste	0,08	5	0,02		
Erro puro	0,07	2	0,04		
Total	1,64	10			

$R^2 = 0,9066$; $F_{3;7;0,90} = 3,07$.

A superfície de resposta (Figura 13) foi elaborada, pois através do teste F, $F_{\text{calculado}}$ apresentou-se 7,38 vezes maior que F_{tabelado} , indicando que maiores valores de IAA foram obtidos na umidade de condicionamento entre 14 e 15% e temperatura de matriz entre 135 e 155°C.

5.2.3.3 Índice de absorção de água de M500

Os valores experimentais obtidos para o IAA encontraram-se entre 6,78 e 8,37 conforme apresentados na Tabela 54. Os efeitos das variáveis independentes estudadas apresentados na Tabela 60 demonstrou que somente a temperatura linear apresentou influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$).

Tabela 60 – Análise de efeitos para o índice de absorção de água da fração M500

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	7,77*	0,20	38,45	<0,001
Umidade (L)	-0,86*	0,25	-3,47	0,018
Umidade (Q)	-0,19	0,30	-0,63	0,554
Temperatura (L)	-0,05	0,25	-0,20	0,852
Temperatura (Q)	0,18	0,30	0,63	0,559
Umidade (L) x Temperatura (L)	-0,12	0,35	-0,36	0,736

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,7273$;
L – linear; Q – quadrático.

No entanto, não foi possível estabelecer o modelo preditivo, uma vez que o valor do coeficiente de determinação de 0,7273 (Tabela 196 do Apêndice III) não satisfaz a necessidade mínima de explicação para os resultados obtidos. Além disso, o valor de $F_{\text{calculado}}$ apresentou-se inferior ao F_{tabelado} , o que desfavoreceu a elaboração da superfície de resposta.

5.2.3.4 Índice de absorção de água de M500R

Conforme apresentados na Tabela 54, os valores de IAA dos extrusados expandidos variaram entre 6,76 e 8,53 para a fração M500R. Na Tabela 61 verificou-se que apenas a umidade linear apresentou influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$) sobre a resposta.

Tabela 61 – Análise de efeitos para o índice de absorção de água da fração M500R

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	7,59*	0,25	30,17	<0,001
Umidade (L)	-1,20*	0,31	-3,90	0,011
Umidade (Q)	0,19	0,37	0,53	0,622
Temperatura (L)	-0,03	0,31	-0,10	0,923
Temperatura (Q)	-0,23	0,37	-0,62	0,562
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,35	0,44	0,80	0,459

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,7704$;

L – linear; Q – quadrático.

No entanto, a análise de variância (Tabela 197 do Apêndice III) evidenciou que não foi possível elaborar o modelo matemático preditivo uma vez que o coeficiente de determinação apresentou-se baixo (0,7740). Além disso, como o valor de $F_{\text{calculado}}$ foi inferior ao F_{tabelado} , não foi possível gerar a superfície de resposta.

5.2.3.5 Índice de absorção de água de P100

As respostas experimentais para IAA demonstraram uma variação entre 7,19 e 8,49 (Tabela 55). Através da análise dos efeitos das variáveis independentes apresentados na Tabela 163 do Apêndice II, foi observado que somente o termo linear para umidade e temperatura foi estatisticamente significativo ($p < 0,10$).

A partir dos coeficientes de regressão apresentados na Tabela 62 foi elaborado o modelo matemático ajustado de 1ª ordem linear (Equação 24) para a variável dependente em estudo, sendo que o modelo obtido foi válido por apresentar uma explicação de 87,30% das respostas experimentais pelo coeficiente de determinação da análise de variância (Tabela 63).

Tabela 62 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de absorção de água da fração P100

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(8)	p-valor
Média	7,99	0,05	166,31	<0,001
Umidade (L)	-0,39	0,06	-6,99	<0,001
Temperatura (L)	-0,14	0,06	-2,49	0,038

L – linear; $R^2 = 0,8730$.

$$IAA = 7,99 - 0,39x_1 - 0,14x_2$$

Equação 24

Onde:

IAA = Índice de absorção de água;

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

Tabela 63 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de absorção de água da fração P100

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	1,40	2	0,70	27,50	<0,001
Resíduos	0,20	8	0,03		
Falta de ajuste	0,14	6	0,02		
Erro puro	0,06	2	0,03		
Total	1,60	10			

$R^2 = 0,8730$; $F_{2;8;0,90} = 3,11$.

Ponderando que o valor de $F_{\text{calculado}}$ apresentou-se 8,84 vezes maior que F_{tabelado} , foi gerada a superfície de resposta (Figura 13) que indicou valores inversos entre IAA e umidade de condicionamento e temperatura da matriz, onde

umidade inferior a 16% e temperatura de matriz menor que 150°C resultaram em maiores IAA.

5.2.3.6 Índice de absorção de água de P200

As faixas utilizadas para as variáveis independentes resultaram em IAA entre 7,64 e 8,48 (Tabela 55). A Tabela 64 demonstrou que, através da análise dos efeitos das variáveis independentes sobre o parâmetro em estudo, somente o termo linear apresentou efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$).

Tabela 64 – Análise de efeitos para o índice de absorção de água da fração P200

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	8,02*	0,10	76,48	<0,001
Umidade (L)	-0,35*	0,13	-2,72	0,042
Umidade (Q)	-0,02	0,15	-0,13	0,905
Temperatura (L)	-0,30*	0,13	-2,30	0,069
Temperatura (Q)	0,14	0,15	0,92	0,398
Umidade (L) x Temperatura (L)	-0,10	0,18	-0,58	0,588

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,7376$;
L – linear; Q – quadrático.

A elaboração do modelo matemático preditivo não foi possível, uma vez que apenas 73,76% das respostas experimentais podem ser explicadas através do coeficiente de determinação da análise de variância, mostrada na Tabela 65. O teste F mostrou que $F_{\text{calculado}}$ apresentou-se inferior ao F_{tabelado} , e desta forma, não pode ser gerada a superfície de resposta.

Tabela 65 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para o índice de absorção de água da fração P200

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	0,46	5	0,09	2,81	0,140
Resíduos	0,16	5	0,03		
Falta de ajuste	0,11	3	0,04		
Erro puro	0,05	2	0,03		
Total	0,63	10			

$R^2 = 0,7376$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

5.2.3.7 Índice de absorção de água de P300

Os valores encontrados para o IAA dos extrusados expandidos da fração P300 (Tabela 55) encontraram-se entre 7,99 e 8,74. A análise dos efeitos das variáveis independentes apresentados na Tabela 66, mostrou que nenhum dos fatores possuiu influência significativa sobre a resposta experimental, o que foi confirmado pela análise de variância da Tabela 67, que mostrou baixo coeficiente de determinação (58,29%) e valor de $F_{calculado}$ inferior ao $F_{tabelado}$, indicando a inviabilidade de elaboração do modelo matemático preditivo e da superfície de resposta.

Tabela 66 – Análise de efeitos para o índice de absorção de água da fração P300

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	8,38*	0,14	61,58	<0,001
Umidade (L)	-0,18	0,17	-1,06	0,336
Umidade (Q)	0,28	0,20	1,42	0,215
Temperatura (L)	-0,26	0,17	-1,55	0,182
Temperatura (Q)	-0,11	0,20	-0,58	0,590
Umidade (L) x Temperatura (L)	-0,14	0,24	-0,61	0,566

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,5829$;

L – linear; Q – quadrático.

Tabela 67 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de absorção de água da fração P300

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	0,39	5	0,08	1,40	0,361
Resíduos	0,28	5	0,06		
Falta de ajuste	0,11	3	0,04		
Erro puro	0,17	2	0,08		
Total	0,67	10			

$R^2 = 0,5829$; $F_{5;5;0,90} = 3,11$.

5.2.3.8 Índice de absorção de água de P300R

Conforme Tabela 55, os valores experimentais obtidos para IAA da fração P300R encontraram-se entre 7,93 e 9,44. Dentre as variáveis independentes estudadas, foi observado na Tabela 164 do Apêndice II que somente o termo linear da umidade de condicionamento apresentou efeito significativo sobre a resposta.

No entanto, os cálculos para os coeficientes de regressão (Tabela 68) permitiram a inclusão do termo linear da temperatura da matriz para elaboração do modelo matemático ajustado de 1ª ordem linear apresentado na Equação 25.

Tabela 68 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para o índice de absorção de água da fração P300R

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(8)	p-valor
Média	8,64	0,06	155,79	<0,001
Umidade (L)	-0,55	0,07	-8,48	<0,001
Temperatura (L)	-0,12	0,07	-1,90	0,094

L – linear; $R^2 = 0,9043$.

$$IAA = 8,64 - 0,55x_1 - 0,12x_2$$

Equação 25

Onde:

IAA = Índice de absorção de água;

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

A validade da equação foi garantida através da explicação de 90,43% das respostas obtidas pelo coeficiente de determinação da análise de variância (Tabela 69). Considerando que $F_{\text{calculado}}$ foi 12,15 vezes superior ao F_{tabelado} , foi gerada a superfície de resposta apresentada na Figura 13. Verificou-se que os maiores IAA foram alcançados em baixa umidade de condicionamento (14%) e temperatura de matriz entre 130 e 140°C.

Tabela 69 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para o índice de absorção de água da fração P300R

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	2,55	2	1,28	37,79	<0,001
Resíduos	0,27	8	0,03		
Falta de ajuste	0,26	6	0,04		
Erro puro	0,01	2	0,01		
Total	2,82	10			

$R^2 = 0,9043$; $F_{2;8;0,90} = 3,11$.

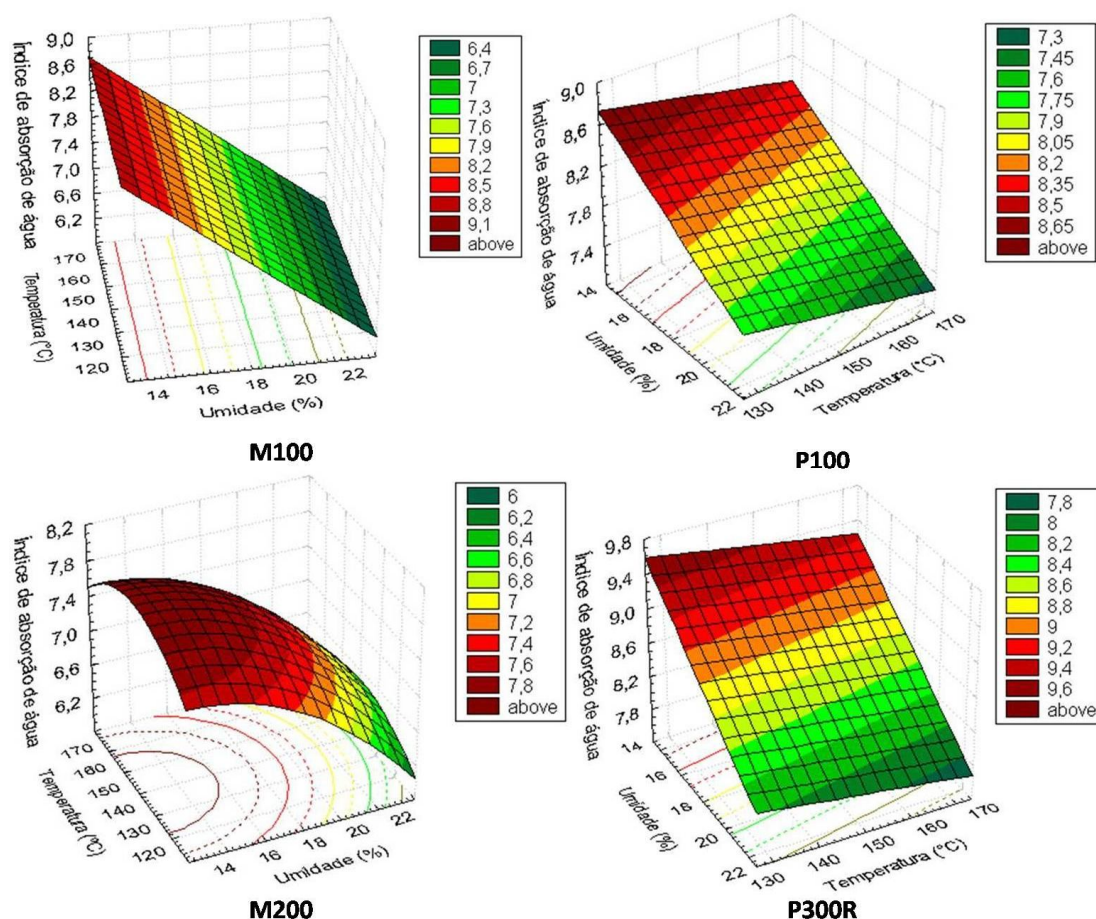


Figura 13 – Superfícies de resposta para o índice de absorção de água dos extrusados expandidos das frações de milho dentado e duro.

5.2.3.9 Discussão do índice de absorção de água

O IAA é utilizado como medida direta do poder de inchamento do amido e, por ser um fator físico, a área superficial exposta para a absorção de água torna-se fator importante para o estudo. Amidos com teores de amilose entre 20 e 30% proporcionam valores máximos de IAA em produtos extrusados entre 135 e 225°C (HARPER, 1994). Os fatores mais importantes que influenciam no IAA são: umidade de condicionamento, temperatura de extrusão, taxa de alimentação, velocidade e configuração da rosca e tamanho e forma das partículas da matéria-prima. Baixos valores de IAA podem indicar falta de equilíbrio hídrico durante o

condicionamento, resultando em produto final com estrutura densa e compacta sem cozimento uniforme durante o processo de extrusão (COLONNA et al., 1989).

Dentre as variáveis independentes estudadas, a umidade de condicionamento mostrou-se altamente significativa para as frações M100, M200, P100 e P300R e a temperatura da matriz somente para as frações M200 e P300R. Em geral, verificou-se que o IAA diminuiu com o aumento da umidade de condicionamento e, com menor efeito, com o aumento da temperatura da matriz durante o processo de extrusão.

O aumento do IAA com menores umidades de condicionamento pode estar relacionado com o maior grau de cisalhamento mecânico que ocorreu durante o processo de extrusão, fazendo com que maior número de grupamentos hidrofílicos fiquem expostos (ZHANG e HOSENEY, 1998; STRAHM, 2000; GUY, 2001b). No caso da temperatura de extrusão, maiores temperaturas promoveram o rompimento da área cristalina das partículas, sendo o efeito semelhante ao mencionado para a umidade de condicionamento (MERCIER et al., 1998; HUANG e ROONEY, 2001; HUBER, 2001).

De modo geral, o IAA aumentou com maiores granulometrias, com exceção da fração M200 que apresentou IAA menor que M100. Colonna et al. (1989), Mercier et al. (1998), e Carime (2000) citaram que o teor de lipídeos influencia no processo de extrusão, teores de até 5% de lipídeos não apresentaram problemas para respostas tecnológicas como IE e textura do produto, sendo que acima deste percentual, ocorreu redução no IE e ISA.

Colonna et al. (1989) sugeriram que, com o aumento da quantidade de lipídeo presente na farinha, ocorra redução no teor de umidade de condicionamento. Este argumento foi evidenciado pelos valores obtidos para as frações M200 e P300, que apresentaram os maiores valores de extrato etéreo, onde os ensaios com menores umidades de condicionamento apresentaram valores próximos aos respectivos ensaios de M100, enquanto que em umidades maiores, a diferença entre as frações aumentou.

Além disso, durante o processo de extrusão pode ocorrer a formação de complexo entre amilose e lipídeo, principalmente quando este se encontrar na forma de monoglicerídeo ou ácido graxo livre. A formação do complexo amilose-lipídeo resulta em redução do IAA, devido à hidrofobicidade que o complexo apresenta (BHATNAGAR e HANNA, 1994a; CARIME, 2000; KAUR e SINGH, 2000; BECKER et al., 2001; DE PILLI, 2008).

O aumento do tamanho da partícula requer maior trabalho mecânico para que ocorra desintegração da matéria-prima durante o processo de extrusão. Notou-se que farinhas com menores granulometrias apresentaram menores IAA, o que se atribuiu ao fato de ocorrer gelatinização e dextrinização do amido em maior proporção do que nas farinhas com maiores granulometrias. A redução da granulometria de *grits* fino (M500 e P300 para M500R e P300R, respectivamente) apresentou o mesmo comportamento, com valores próximos às farinhas finas.

Verificou-se que tratamentos brandos proporcionaram maiores IAA para frações obtidas de milho duro, e com aumento da severidade do tratamento, essa diferença sofreu redução, embora ainda tenha apresentado maiores valores em relação ao milho dentado. Acredita-se que este fato ocorreu em função do maior grau de cisalhamento proporcionado pela fração vítrea do endosperma presente no milho duro, aumentando assim o trabalho mecânico e favorecendo a exposição de grupamentos hidrofílicos.

Houve uma relação direta entre IAA e IE para todas as frações utilizadas, comportamento citado por El Dash (1981). Foi obtida uma correlação linear positiva entre IAA e IE, onde os valores máximos dos coeficientes de correlação encontrados foram de 0,9187 e 0,9279 para as frações M200 e P300R, respectivamente, conforme apresentado na Figura 14. Para as frações M500 e P300, que representaram as maiores granulometrias utilizadas de cada variedade, verificou-se os menores coeficientes de correlação (0,7970 e 0,4163, respectivamente). Todos os coeficientes de correlação entre IAA e as variáveis dependentes estão apresentados nas tabelas do Apêndice IV.

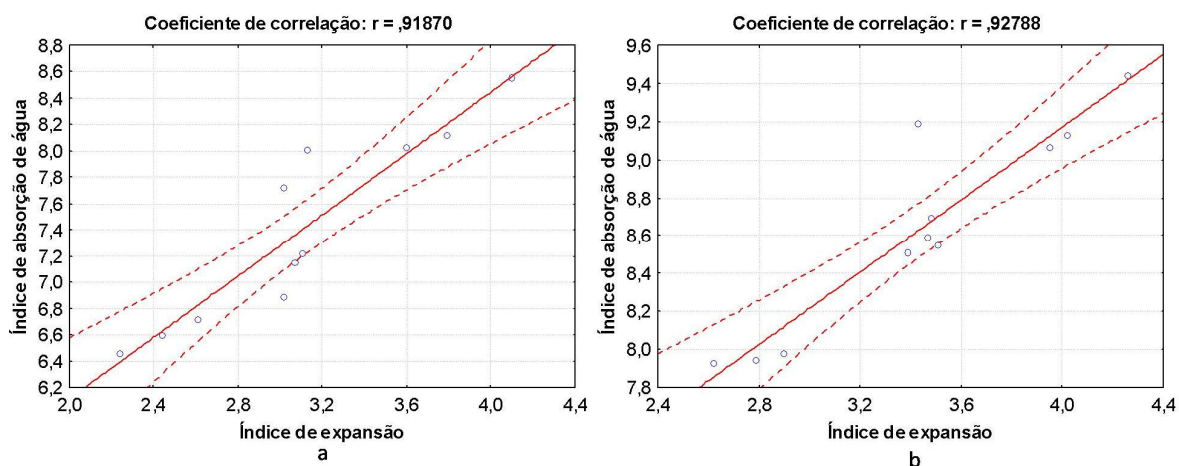


Figura 14 – Coeficiente de correlação entre índice de expansão e índice de absorção de água para M100 (a) e P300R (b).

Com a gelatinização do amido e a desnaturação protéica ocorre aumento de IAA devido às mudanças conformacionais e estruturais. O amido gelatinizado absorve mais água do que os grânulos no estado nativo, pois tem o seu balanço hidrofílico/hidrofóbico alterado devido à maior exposição do grupamento hidroxílico (-OH) (ALVIM et al., 2002).

5.2.4 Índice de solubilidade em água

O ISA está diretamente relacionado com o grau de dextrinização do amido durante o processo de extrusão. Quando se trata da avaliação em extrusados expandidos, o aumento no IE promove valores maiores de ISA. Outro fator que influencia é a proporção de amilose-amilopectina, onde amidos com maiores teores de amilose, apresentam redução no ISA (COLONNA et al., 1989).

Em geral, valores extremos de ISA encontrados para os extrusados expandidos das frações de milho dentado (Tabela 70) e duro (Tabela 71) foram de 10,88 e 34,06% como mínimo no ensaio 6 da fração M200 e máximo no ensaio 5 da fração P200, respectivamente. As condições do ensaio 6 e 5 apresentaram

temperatura de matriz no ponto central e umidade de condicionamento em 14 e 22%, respectivamente.

Tabela 70 – Resultado experimental obtido para o índice de solubilidade em água (%)^{*} para os extrusados expandidos das frações de milho dentado

Ensaio	Níveis reais		M100	M200	M500	M500R
	U (%)	T (°C)				
1	15,2	127	27,15±0,40	16,87±0,16	20,14±0,38	20,32±0,17
2	20,8	127	15,94±0,21	11,27±0,20	12,99±0,31	12,24±0,07
3	15,2	163	22,83±1,07	18,91±0,64	23,98±1,46	19,83±0,55
4	20,8	163	13,15±0,07	11,66±0,02	16,05±0,40	12,32±0,17
5	14,0	145	26,34±0,32	20,42±0,17	23,67±0,19	22,25±0,14
6	22,0	145	12,33±0,05	10,88±0,14	12,51±0,72	11,37±0,36
7	18,0	120	17,59±0,17	13,40±0,07	18,97±0,42	15,52±0,12
8	18,0	170	18,73±0,31	13,10±0,16	15,76±0,17	13,57±0,14
9	18,0	145	17,42±0,21	15,82±0,22	18,14±0,67	13,32±0,24
10	18,0	145	19,47±0,31	16,74±0,46	20,10±0,69	13,94±0,03
11	18,0	145	16,85±0,18	13,64±0,03	19,66±0,78	13,90±0,26

^{*} Valores expressos pela média aritmética de 3 repetições±desvio padrão;

U – Umidade de condicionamento; T – Temperatura da matriz.

Tabela 71 – Resultado experimental obtido para o índice de solubilidade em água (%)^{*} para os extrusados expandidos das frações de milho duro

Ensaio	Níveis reais		P100	P200	P300	P300R
	U (%)	T (°C)				
1	15,2	136	24,72±0,96	28,63±0,24	25,98±0,41	28,38±0,32
2	20,8	136	15,06±0,43	19,56±0,61	17,01±0,68	16,91±0,58
3	15,2	164	22,14±0,59	26,70±0,72	22,12±0,13	28,10±0,17
4	20,8	164	14,07±0,15	17,46±0,36	15,85±0,25	16,86±0,33
5	14,0	150	25,54±0,33	34,06±0,50	26,70±0,31	29,67±0,23
6	22,0	150	13,26±0,63	19,58±0,35	14,66±0,54	15,77±0,13
7	18,0	130	23,19±0,35	27,98±0,19	19,33±0,19	22,30±0,17
8	18,0	170	17,63±0,49	25,54±0,90	17,73±0,36	20,05±0,22
9	18,0	150	19,66±0,30	21,52±0,74	21,24±0,62	23,07±0,90
10	18,0	150	19,55±0,56	22,29±1,12	17,58±0,41	20,82±0,27
11	18,0	150	18,02±0,40	22,60±0,49	17,37±0,53	22,10±0,02

^{*} Valores expressos pela média aritmética de 3 repetições±desvio padrão;

U – Umidade de condicionamento; T – Temperatura da matriz.

No entanto, ressalta-se que apenas na fração P200 o valor mínimo de ISA foi obtido no ensaio 4, que equivale a 20,8% de umidade de condicionamento e 164°C de temperatura da matriz. Enquanto que, para as frações M100 e M500, os valores máximos foram obtidos no ensaio 1 e 3, respectivamente, que corresponderam a 15,2% de umidade de condicionamento e temperatura de matriz de 127°C para o ensaio 1 e 163°C para o ensaio 3.

5.2.4.1 Índice de solubilidade em água de M100

Conforme Tabela 70, as respostas experimentais obtidas para ISA dos extrusados expandidos da fração M100 variaram entre 12,33 e 27,15%. Apenas o termo linear da umidade de condicionamento apresentou efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$) sobre a resposta (Tabela 165 do Apêndice II).

Com base nos cálculos dos coeficientes de regressão apresentados na Tabela 72, foi elaborado o modelo matemático preditivo ajustado de 1ª ordem linear ao ISA (Equação 26). Este modelo foi considerado válido por ser explicado por um coeficiente de determinação da análise de variância (Tabela 73) de 89,16%.

Tabela 72 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração M100

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(9)	p-valor
Média	18,89	0,50	37,45	<0,001
Umidade (L)	-5,10	0,59	-8,60	<0,001

L – linear; $R^2 = 0,8916$.

$$ISA = 18,89 - 5,10x_1$$

Equação 26

Onde:

ISA = Índice de solubilidade em água (%);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado.

Tabela 73 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração M100

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	207,14	1	207,14	74,02	<0,001
Resíduos	25,19	9	2,80		
Falta de ajuste	21,39	7	3,06	1,90	
Erro puro	3,80	2	1,90		
Total	232,32	10			

$R^2 = 0,8916$; $F_{1;9;0,90} = 3,36$.

Através do teste F, verificou-se que $F_{\text{calculado}}$ foi 22,03 vezes superior ao F_{tabelado} , o que permitiu a elaboração da superfície de resposta apresentada na Figura 15, indicando que umidade de condicionamento de 14% resultou em maiores ISA, uma vez que a temperatura da matriz não apresentou influência significativa.

5.2.4.2 Índice de solubilidade em água de M200

As variáveis independentes utilizadas no delineamento resultaram em ISA que variou de 10,88 a 20,42% para os produtos finais da fração M200 conforme apresentado na Tabela 70. Verificou-se que apenas o termo linear da umidade de condicionamento e quadrático da temperatura da matriz apresentou efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$) sobre ISA, de acordo com o exposto na Tabela 166 do Apêndice II.

A partir da inclusão dos fatores que não influenciaram estatisticamente na resposta experimental, foram calculados os coeficientes de regressão (Tabela 74) para obtenção do modelo matemático ajustado de 2ª ordem apresentado na Equação 27. Através da análise de variância (Tabela 75), verificou-se que o modelo obtido foi válido, pois o coeficiente de determinação explica 92,47% das respostas experimentais.

Tabela 74 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração M200

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(8)	p-valor
Média	15,57	0,41	37,88	<0,001
Umidade (L)	-3,30	0,35	-9,53	<0,001
Temperatura (Q)	-1,08	0,40	-2,72	0,026

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,9247$.

$$ISA = 15,57 - 3,30x_1 - 1,08x_2^2$$

Equação 27

Onde:

ISA = Índice de solubilidade em água (%);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

Tabela 75 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração M200

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	93,89	2	46,95	49,12	<0,001
Resíduos	7,65	8	0,96		
Falta de ajuste	2,57	6	0,43		
Erro puro	5,07	2	2,54		
Total	101,54	10			

$R^2 = 0,9247$; $F_{2;8;0,90} = 3,11$.

A superfície de resposta está apresentada na Figura 15 foi elaborada devido ao ajuste do teste F, que apresentou $F_{\text{calculado}}$ 15,79 vezes superior ao F_{tabelado} , e visualizou-se que maiores valores de ISA foram obtidos com umidade de condicionamento de 14% e temperaturas da matriz entre 135 e 155°C.

5.2.4.3 Índice de solubilidade em água de M500

Conforme apresentados na Tabela 70, os valores de ISA variaram entre 12,51 e 23,98% para os extrusados expandidos da fração M500. Através dos resultados do planejamento foi possível avaliar os efeitos das variáveis independentes que estão apresentados na Tabela 167 do Apêndice II.

Verificou-se que apenas o termo linear da umidade de condicionamento apresentou influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$) sobre a resposta experimental. Através dos coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos (Tabela 76) foi possível elaborar o modelo matemático ajustado de 1ª ordem linear para a resposta em estudo apresentado na Equação 28.

Tabela 76 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração M500

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(9)	p-valor
Média	18,36	0,49	37,15	<0,001
Umidade (L)	-3,86	0,58	-6,66	<0,001

L – linear; $R^2 = 0,8311$.

$$\text{ISA} = 18,36 - 3,86x_1$$

Equação 28

Onde:

ISA = Índice de solubilidade em água (%);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado.

A análise de variância para ISA, considerando somente os termos estatisticamente significativos, está apresentada na Tabela 77. Verificou-se que o modelo obtido foi válido devido a variação explicada pelo coeficiente de determinação de 83,11%. Além disso, o valor de $F_{\text{calculado}}$ foi 13,18 vezes maior que F_{tabelado} , sendo por isso gerada a superfície de resposta (Figura 15) que indicou maiores valores de ISA com 14% de umidade de condicionamento.

Tabela 77 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração M500

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	119,05	1	119,05	44,30	<0,001
Resíduos	24,19	9	2,69		
Falta de ajuste	22,07	7	3,15		
Erro puro	2,12	2	1,06		
Total	143,24	10			

$R^2 = 0,8311$; $F_{1;9;0,90} = 3,36$.

5.2.4.4 Índice de solubilidade em água de M500R

As respostas para ISA, mostrada na Tabela 70, indicaram variação entre 11,37 e 22,25% para o delineamento estudado. Entre as variáveis independentes, verificou-se na Tabela 168 do Apêndice II que somente a umidade de condicionamento apresentou efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$) sobre o ISA.

Após inclusão dos termos não significativos ao resíduo, foram obtidos os coeficientes de regressão da Tabela 78 que permitiram a elaboração do modelo matemático ajustado de 2ª ordem apresentado na Equação 29. O coeficiente de determinação da análise de variância (Tabela 79) demonstrou que a variação foi explicada por 95,27%, através do qual, justificou-se a validade do modelo obtido.

Tabela 78 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração M500R

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(8)	p-valor
Média	14,75	0,38	39,32	<0,001
Umidade (L)	-3,88	0,32	-12,27	<0,001
Umidade (Q)	1,16	0,36	3,23	0,012

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,9527$.

$$ISA = 14,75 - 3,88x_1 + 1,16x_1^2$$

Equação 29

Onde:

ISA = Índice de solubilidade em água (%);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado.

O teste F mostrou-se altamente significativo por ter apresentado valor de $F_{\text{calculado}}$ 25,89 vezes maior que F_{tabelado} , permitindo a geração da superfície de resposta (Figura 15), que indicou maiores valores de ISA com umidade de condicionamento de 14% dentro da faixa estudada.

Tabela 79 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração M500R

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	128,24	2	64,12	80,52	<0,001
Resíduos	6,37	8	0,80		
Falta de ajuste	2,51	6	0,42		
Erro puro	3,86	2	1,93		
Total	134,61	10			

$R^2 = 0,9527$; $F_{2;8;0,90} = 3,11$.

5.2.4.5 Índice de solubilidade em água de P100

Os valores experimentais de ISA para os extrusados expandidos da fração P100 estão demonstrados na Tabela 71 e variaram entre 13,26 e 25,54%. Através da análise de efeitos apresentados na Tabela 169 do Apêndice II verificou-se que somente o termo linear da umidade de condicionamento e da temperatura da matriz apresentou influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$) sobre a resposta experimental.

Os coeficientes de regressão mostrados na Tabela 80 mostraram que ISA sofreu influência negativa com aumento da umidade e temperatura (linear), mas permitiu a elaboração do modelo ajustado de 1º ordem linear exposto na Equação 30.

Tabela 80 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração P100

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(8)	p-valor
Média	19,35	0,29	65,75	<0,001
Umidade (L)	-4,39	0,35	-12,71	<0,001
Temperatura (L)	-1,43	0,35	-4,14	0,003

L – linear; $R^2 = 0,9572$.

$$ISA = 19,35 - 4,39x_1 - 1,43x_2$$

Equação 30

Onde:

ISA = Índice de solubilidade em água (%);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

O modelo preditivo obtido foi válido e explicado por um coeficiente de determinação da análise de variância (Tabela 81) de 95,72%. A superfície de resposta obtida e apresentada na Figura 15 foi considerada válida pelo teste F que apresentou $F_{\text{calculado}}$ 28,74 vezes maior que F_{tabelado} e permitiu a compreensão de que umidade de condicionamento de 14% e temperatura de matriz entre 130 e 140°C resultaram em maiores valores para ISA.

Tabela 81 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração P100

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	170,30	2	85,15	89,39	<0,001
Resíduos	7,62	8	0,95		
Falta de ajuste	5,94	6	0,99		
Erro puro	1,68	2	0,84		
Total	177,92	10			

$R^2 = 0,9572$; $F_{2;8;0,90} = 3,11$.

5.2.4.6 Índice de solubilidade em água de P200

As respostas experimentais para ISA dos extrusados expandidos da fração P200 variaram entre 17,46 e 34,06 conforme apresentados na Tabela 71. Observou-se que apenas o termo linear da umidade de condicionamento apresentou efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$) sobre a resposta (Tabela 170 do Apêndice II). No entanto, incluindo os efeitos não significativos ao resíduo, verificou-se que os coeficientes de regressão (Tabela 82) apresentaram coeficiente de determinação baixo, explicando somente 78,06% da variação obtida.

Tabela 82 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração P200

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(9)	p-valor
Média	24,17	0,73	33,09	<0,001
Umidade (L)	-4,86	0,86	-5,66	<0,001

L – linear; $R^2 = 0,7806$.

Aliado a isso, a análise de variância apresentada na Tabela 198 do Apêndice III demonstrou que $F_{\text{calculado}}$ foi apenas 2,12 vezes maior que F_{tabelado} , indicando que não foi possível obter modelo matemático para a variável em estudo e nem a superfície de resposta.

5.2.4.7 Índice de solubilidade em água de P300

As faixas utilizadas para as variáveis independentes resultaram em ISA entre 14,66 e 26,70% conforme apresentado na Tabela 71. A análise dos efeitos mostrou que apenas a umidade linear apresentou-se estatisticamente significativa ($p < 0,10$), conforme verificado na Tabela 171 do Apêndice II.

Entretanto, pode-se verificar que com a inclusão de apenas o termo quadrático da temperatura e a interação entre umidade e temperatura aos resíduos, os demais fatores demonstrados na Tabela 83 dos coeficientes de regressão apresentaram influência sobre ISA. Baseando-se nisto, foi elaborado o modelo matemático ajustado de 2ª ordem (Equação 31).

Tabela 83 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para o índice de solubilidade em água da fração P300

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(7)	p-valor
Média	18,78	0,58	32,21	<0,001
Umidade (L)	-4,04	0,49	-8,22	<0,001
Umidade (Q)	1,12	0,56	2,00	0,085
Temperatura (L)	-0,91	0,49	-1,86	0,106

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,9147$.

$$ISA = 18,78 - 4,04x_1 - 0,91x_2 + 1,12x_1^2$$

Equação 31

Onde:

ISA = Índice de solubilidade em água (%);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

O modelo preditivo obtido foi considerado válido pela análise de variância (Tabela 84), pois foi explicado por um coeficiente de determinação de 91,47%. Considerando que o valor de $F_{\text{calculado}}$ foi 8,15 vezes superior ao F_{tabelado} , foi gerada a superfície de resposta (Figura 15) que indicou que umidade de condicionamento

de 14% e temperatura de matriz entre 130 e 140°C resultaram em maiores ISA, dentro das faixas estudadas.

Tabela 84 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para o índice de solubilidade em água da fração P300

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	144,49	3	48,16	25,03	<0,001
Resíduos	13,47	7	1,92		
Falta de ajuste	3,99	5	0,80		
Erro puro	9,47	2	4,74		
Total	157,95	10			

$R^2 = 0,9147$; $F_{3;7;0,90} = 3,07$.

5.2.4.8 Índice de solubilidade em água de P300R

O ISA para os extrusados expandidos da fração P300R encontraram-se entre 15,77 e 29,67% conforme apresentado na Tabela 71. A análise dos efeitos (Tabela 172 do Apêndice II) para as variáveis independentes mostrou que apenas o termo linear da umidade de condicionamento apresentou resultado estatisticamente significativo ($p < 0,10$).

Incluindo-se os fatores não significativos aos resíduos, a Tabela 85 apresenta os coeficientes de regressão que possibilitaram a elaboração do modelo matemático de 1ª ordem linear mostrada na Equação 32.

Tabela 85 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração P300R

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(9)	p-valor
Média	22,18	0,31	71,52	<0,001
Umidade (L)	-5,31	0,36	-14,57	<0,001

L – linear; $R^2 = 0,9593$.

$$ISA = 22,18 - 5,31x_1$$

Equação 32

Onde:

ISA = Índice de solubilidade em água (%);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado.

O modelo preditivo foi considerado válido e explicado por uma variação de 95,93% dos resultados pelo coeficiente de determinação da análise de variância (Tabela 86). Através da alta significância do teste F, que demonstrou que $F_{\text{calculado}}$ foi 63,15 maior que F_{tabelado} , foi possível gerar a superfície de resposta (Figura 15), que indicou que, independente da temperatura da matriz utilizada, maiores valores de ISA foram obtidos com umidade de condicionamento de 14%, dentro da faixa estudada.

Tabela 86 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para o índice de solubilidade em água da fração P300R

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	224,53	1	224,53	212,17	<0,001
Resíduos	9,52	9	1,06		
Falta de ajuste	6,97	7	1,00		
Erro puro	2,55	2	1,28		
Total	234,06	10			

$R^2 = 0,9593$; $F_{1,9;0,90} = 3,36$.

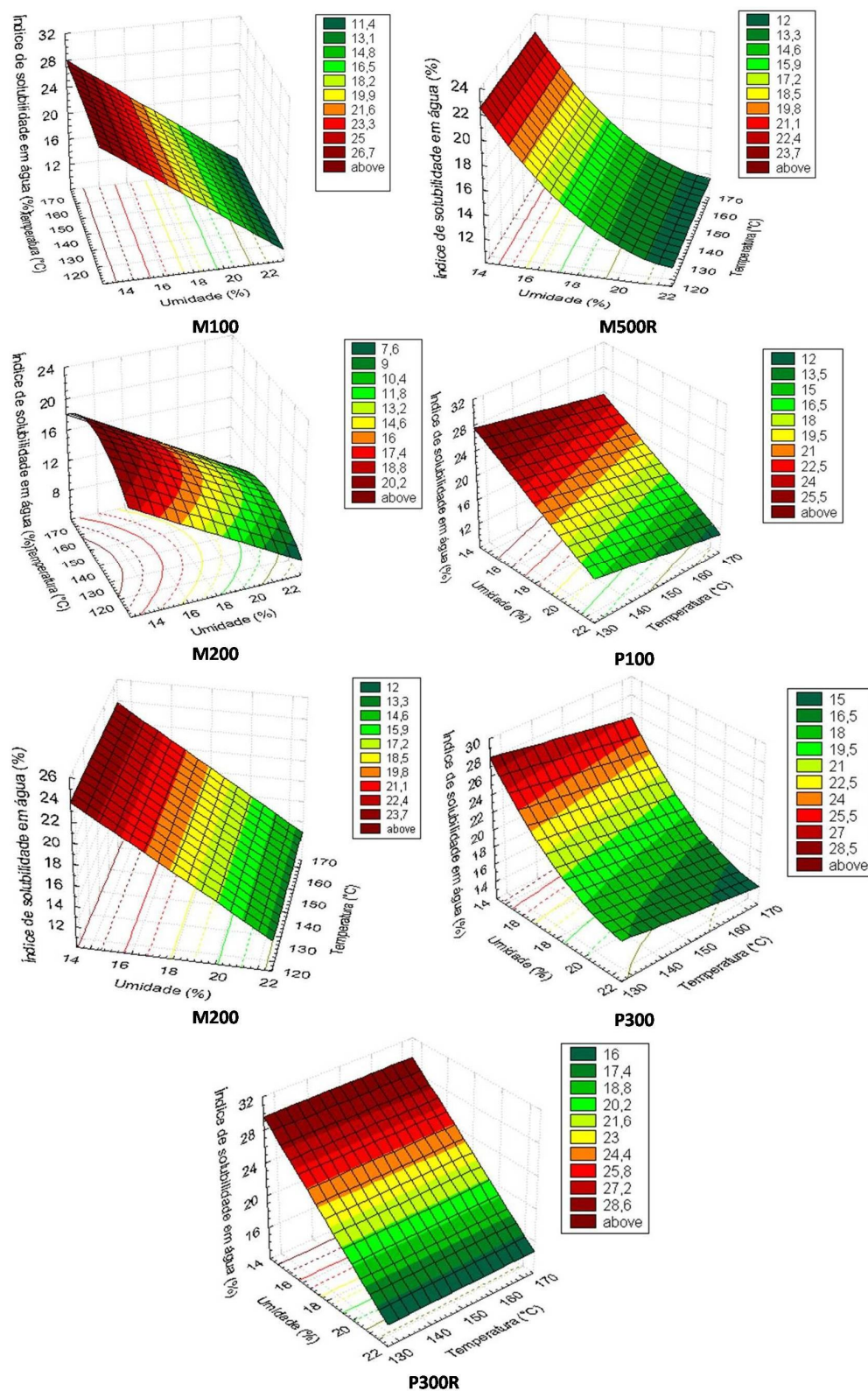


Figura 15 – Superfícies de resposta para o índice de solubilidade em água dos extrusados das frações de milho dentado e duro.

5.2.4.9 Discussão do índice de solubilidade em água

Segundo Colonna et al. (1989), Riaz (2000) e Borba (2005), o ISA está diretamente relacionado com o IE, temperatura de extrusão, velocidade de rosca, composição e tamanho de partícula da matéria-prima e umidade de condicionamento, tendo como origem a degradação dos biopolímeros em moléculas menores, como por exemplo, a gelatinização e dextrinização do amido, quando o processo ocorre de forma severa, ou seja, baixa umidade e elevadas temperaturas.

Além de avaliar a quantidade de moléculas solúveis, o ISA avalia também a intensidade e o tipo de algumas reações que podem ocorrer durante a extrusão, como por exemplo o grau de gelatinização do amido, resultando na liberação de amilose e amilopectina, na dextrinização dos componentes do amido e na formação de outros compostos de baixo peso molecular (COLONNA et al., 1989).

Semelhante ao IAA, o aumento da umidade de condicionamento e da temperatura da matriz, promoveu redução no ISA, principalmente para fração M200. A principal causa do aumento do ISA está relacionada à dextrinização mecânica e térmica do amido (ANDERSON et al., 1969) e de componentes biopoliméricos presentes na farinha, como por exemplo a desnaturação proteica (COLONNA et al., 1989).

As variáveis independentes apresentaram influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$) para todas as frações estudadas, com exceção da fração com granulometria intermediária do milho duro (P200). A umidade de condicionamento demonstrou maior influência em relação à temperatura da matriz, indicando que a dextrinização mecânica ocorreu em maior grau em relação à térmica.

Os valores obtidos de ISA para a fração com granulometria reduzida da variedade de milho duro (P300R) apresentaram maiores diferenças em baixas umidades de condicionamento, quando esta sofreu aumento, ocorreu redução nas

diferenças obtidas. No caso do milho dentado, maiores diferenças foram obtidas quando utilizadas maiores temperaturas de matriz.

Em geral, maiores granulometrias apresentaram maiores valores de ISA, principalmente em condições severas de processo, dentro dos limites estudados. Observou-se que frações com maiores teores de extrato etéreo apresentaram menores ISA, observado nas frações M200 e P300. Provavelmente, este resultado pode ser atribuído à formação do complexo amilose-lipídio formado e/ou ao efeito lubrificante que reduz o grau de cisalhamento mecânico durante o processo de extrusão, como reportado anteriormente para o IAA.

Com a formação de complexo entre amilose e ácidos graxos livres ou monoglicerídeos resultando em agregados insolúveis, ocorre redução de ISA por não permitir a lixiviação da amilose durante a análise (MARTINEZ, 1990). A proporção de amilose e amilopectina presente também influencia no ISA, com o aumento do teor de amilose ocorre diminuição de sólidos solúveis (COLONNA et al., 1989; MERCIER et al., 1998).

No entanto, notou-se que na redução da granulometria de P300, resultando na fração P300R, o efeito do extrato etéreo é amenizado, provavelmente pelo fato de que menores partículas favoreçam a gelatinização e a dextrinização durante o processo.

Para todas as frações foram obtidos coeficientes de correlação positivos entre ISA com IE (variando entre 0,8767 e 0,9785) e IAA (variando entre 0,5760 e 0,9589), onde o maior valor de “r” obtido ($r=0,9589$) foi entre ISA e IAA da fração P100 e entre ISA e IE ($r=0,9785$) da fração P300R conforme apresentado na Figura 16. Autores como El Dash (1981), Colonna et al. (1989), Harper (1994), Mercier et al. (1998) e Ding (2005) também citaram que existe uma correlação direta entre ISA e IE. Os demais valores de “r” podem ser observados nas tabelas do Apêndice IV entre ISA e as variáveis dependentes.

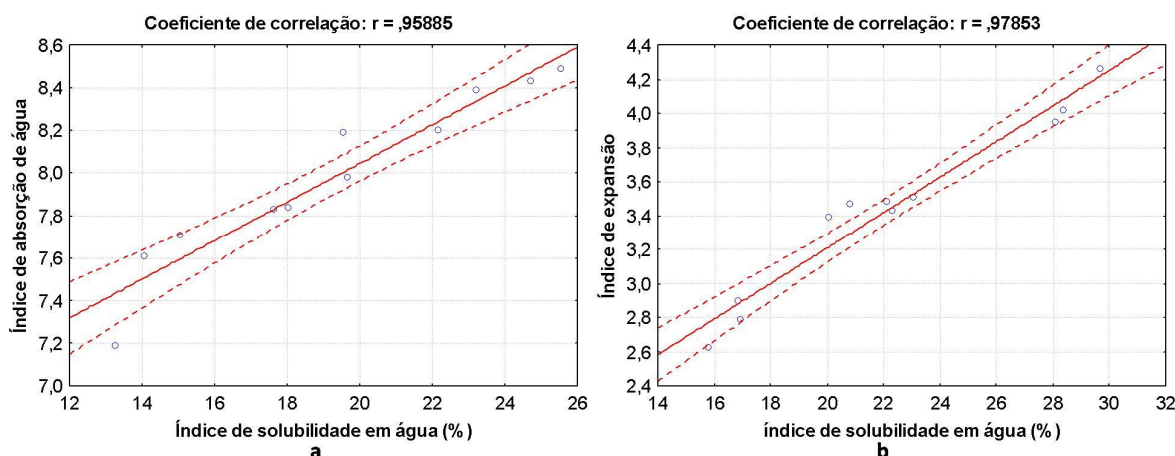


Figura 16 – Coeficiente de correlação entre índice de solubilidade em água e índice de absorção de água para P100 (a) e índice de expansão para P300R (b).

5.2.5 Viscosidade a frio

A VF refere-se à viscosidade formada da suspensão de amido e água a temperatura ambiente. Através dela torna-se possível avaliar o grau de cozimento do amido durante a extrusão devido à gelatinização do amido e degradação por cisalhamento (COLONNA et al., 1989; CALDWELL et al., 2000).

Através da VF é possível avaliar o comportamento dos extrusados expandidos frente à gelatinização e dextrinização térmica e mecânica do amido. Após a gelatinização, o amido perde a estrutura cristalina facilitando a absorção parcial de água a temperatura ambiente. Conforme aumenta a dextrinização, ocorre ruptura da estrutura polimérica, resultando em moléculas de menor peso molecular, responsáveis pela formação do gel em baixas temperatura, em torno de 25°C (CALDWELL et al., 2000; JANE, 2003).

Os valores experimentais para a VF variaram entre 6,31 e 59,78RVU, que correspondem ao ensaio 6 da fração M500 (Tabela 87) e ensaio 1 da fração P200 (Tabela 88), respectivamente.

Tabela 87 – Resultado experimental obtido para a viscosidade a frio para os extrusados expandidos das frações de milho dentado, expresso em RVU*

Ensaio	Níveis reais		M100	M200	M500	M500R
	U (%)	T (°C)				
1	15,2	127	43,56±1,08	32,69±0,64	39,89±0,44	40,75±0,71
2	20,8	127	21,92±0,56	10,70±0,37	25,33±0,76	22,31±0,38
3	15,2	163	53,64±1,04	34,44±1,05	36,50±1,77	44,89±0,59
4	20,8	163	24,50±1,29	17,36±0,86	33,33±1,58	28,58±0,25
5	14,0	145	41,70±0,52	36,03±0,57	38,78±1,42	45,42±1,25
6	22,0	145	11,55±0,24	17,55±0,93	6,31±0,14	13,47±0,28
7	18,0	120	19,33±0,62	16,78±0,61	37,36±1,72	20,58±0,24
8	18,0	170	30,50±0,72	21,33±1,49	7,30±0,21	20,58±1,37
9	18,0	145	22,72±0,75	32,03±0,14	25,58±0,89	17,42±0,72
10	18,0	145	21,58±1,16	31,83±1,27	26,14±2,34	17,81±0,98
11	18,0	145	21,25±1,26	34,67±2,43	27,50±0,92	17,14±0,69

* Valores expressos pela média aritmética de 3 repetições±desvio padrão;
U – Umidade de condicionamento; T – Temperatura da matriz.

Tabela 88 – Resultado experimental obtido para a viscosidade a frio para os extrusados expandidos das frações de milho duro, expresso em RVU*

Ensaio	Níveis reais		P100	P200	P300	P300R
	U (%)	T (°C)				
1	15,2	136	47,83±1,89	59,78±0,94	49,97±0,93	46,44±1,01
2	20,8	136	27,92±1,63	37,70±0,55	33,78±0,17	28,53±1,69
3	15,2	164	49,08±0,82	50,58±1,43	36,53±0,78	51,53±1,66
4	20,8	164	30,00±1,39	33,11±0,56	36,36±0,16	31,64±0,51
5	14,0	150	48,16±0,96	47,70±0,24	40,91±0,62	55,78±2,19
6	22,0	150	13,53±0,80	30,09±1,94	38,50±0,65	29,72±0,47
7	18,0	130	42,16±1,12	43,75±2,12	35,39±0,60	47,92±1,41
8	18,0	170	35,28±1,60	46,50±2,85	36,50±1,14	47,39±0,58
9	18,0	150	35,69±0,66	42,75±0,60	32,75±0,18	37,58±1,09
10	18,0	150	35,08±1,27	43,31±0,68	33,33±0,94	38,03±0,39
11	18,0	150	34,33±1,45	43,06±0,92	32,50±1,59	37,36±1,10

* Valores expressos pela média aritmética de 3 repetições±desvio padrão;
U – Umidade de condicionamento; T – Temperatura da matriz.

5.2.5.1 Viscosidade a frio de M100

A VF apresentou valores entre 11,55 e 53,64RVU (Tabela 88) para a fração M100. Somente o termo linear da umidade apresentou-se estatisticamente significativo através da análise dos coeficientes de regressão (Tabela 89).

A análise dos efeitos dos fatores completos está apresentada na Tabela 173 do Apêndice II. Observou-se que apenas 68,14% das respostas são explicadas pelo coeficiente de determinação e através da análise de variância (Tabela 199 do Apêndice III) que $F_{\text{calculado}}$ foi apenas 1,88 vezes superior à F_{tabelado} , indicando que não foi possível obter o modelo matemático preditivo e a superfície de resposta para as condições estudadas.

Tabela 89 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a frio da fração M100

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(9)	p-valor
Média	28,39	2,27	12,50	<0,001
Umidade (L)	-11,70	2,67	-4,39	0,002

L – linear; $R^2 = 0,6814$.

5.2.5.2 Viscosidade a frio de M200

Conforme a Tabela 87 para a VF dos extrusados expandidos obtidos da fração M200, os valores experimentais variaram entre 10,70 e 36,03RVU. A análise dos efeitos dos fatores completos estudados está apresentada na Tabela 174 do Apêndice II. Verificou-se através dos coeficientes de regressão que somente a interação entre umidade e temperatura não se apresentou estatisticamente significativa ($p < 0,10$) conforme exposto na Tabela 90.

Tabela 90 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a frio da fração M200

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(6)	p-valor
Média	32,84	1,37	23,94	<0,001
Umidade (L)	-8,17	0,84	-9,71	<0,001
Umidade (Q)	-2,81	1,00	-2,80	0,031
Temperatura (L)	1,86	0,84	2,21	0,069
Temperatura (Q)	-6,70	1,00	-6,67	0,001

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,9601$.

Considerando que o coeficiente de determinação explicou 96,01% dos valores experimentais obtidos através da análise de variância (Tabela 91) e o teste F demonstrou que $F_{\text{calculado}}$ foi 11,35 vezes maior que F_{tabelado} , foi possível obter o modelo matemático ajustado de 2ª ordem (Equação 33) e a superfície de resposta apresentada na Figura 17.

$$VF = 32,84 - 8,17x_1 + 1,86x_2 - 2,81x_1^2 - 6,70x_2^2$$

Equação 33

Onde:

VF = Viscosidade a frio (RVU);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

Tabela 91 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a frio da fração M200

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	815,17	4	203,79	36,11	<0,001
Resíduos	33,87	6	5,64		
Falta de ajuste	28,84	4	7,21		
Erro puro	5,03	2	2,51		
Total	849,04	10			

$R^2 = 0,9601$; $F_{4;6;0,90} = 3,18$.

Uma análise detalhada da superfície de resposta indicou que maiores valores de VF são obtidas com umidade de condicionamento entre 14 e 15% e temperatura da matriz entre 145 e 153°C, dentro das faixas estudadas no delineamento.

5.2.5.3 Viscosidade a frio de M500

As respostas para VF, apresentadas na Tabela 87, mostraram variação entre 6,31 e 39,89RVU. Apesar da grande amplitude entre o mínimo e o máximo

dos valores experimentais obtidos, verificou-se pela análise dos efeitos dos fatores envolvidos no estudo, exposta na Tabela 92, que não houve significância estatística para nenhuma das variáveis independentes. A análise de variância (Tabela 200 do Apêndice III) justificou a falta de significância através do baixo coeficiente de determinação (0,5322) dos fatores completos e por apresentar valor de $F_{\text{calculado}}$ inferior à F_{tabelado} . Com base nisso, não foi possível elaborar o modelo matemático preditivo e a superfície de resposta.

Tabela 92 – Análise de efeitos para a viscosidade a frio da fração M500

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	26,36*	6,51	4,05	0,010
Umidade (L)	-15,93	7,99	-1,99	0,103
Umidade (Q)	1,87	9,53	0,20	0,852
Temperatura (L)	-9,47	7,99	-1,19	0,289
Temperatura (Q)	1,65	9,53	0,17	0,869
Umidade (L) x Temperatura (L)	5,70	11,28	0,50	0,635

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,5322$;
L – linear; Q – quadrático.

5.2.5.4 Viscosidade a frio de M500R

Os valores experimentais para VF dos extrusados expandidos da fração M500R estão apresentados na Tabela 87 e variaram entre 13,47 e 45,42RVU. Somente a umidade de condicionamento (termo linear e quadrático) apresentou efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$) sobre a resposta conforme Tabela 175 (Apêndice II). No entanto, para a obtenção dos coeficientes de regressão (Tabela 93) observou-se que a permanência do termo quadrático da temperatura da matriz, apesar de não apresentar-se estatisticamente significativo, demonstrou p-valor próximo ao nível de significância utilizado (0,10).

Tabela 93 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para a viscosidade a frio da fração M500R

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(7)	p-valor
Média	17,42	3,13	5,56	0,001
Umidade (L)	-10,00	1,92	-5,21	0,001
Umidade (Q)	8,33	2,29	3,63	0,008
Temperatura (Q)	3,87	2,29	1,69	0,135

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,8534$.

Com base nos coeficientes de regressão foi elaborado o modelo matemático ajustado de 2ª ordem apresentado na Equação 34. O modelo obtido foi válido e as respostas explicadas por 85,34% conforme coeficiente de determinação obtido pela análise de variância (Tabela 94). Considerando que o valor de $F_{\text{calculado}}$ foi 4,42 vezes maior que F_{tabelado} , foi garantida a geração da superfície de resposta apresentada na Figura 17. Verificou-se que a VF foi máxima quando a umidade de condicionamento esteve próxima a 14% e temperatura de matriz em 120 ou 170°C.

$$VF = 17,42 - 10,00x_1 + 8,33x_1^2 + 3,87x_2^2$$

Equação 34

Onde:

VF = Viscosidade a frio (RVU);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

Tabela 94 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para a viscosidade a frio da fração M500R

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	1199,87	3	399,96	13,58	0,003
Resíduos	206,09	7	29,44		
Falta de ajuste	205,864	5	41,17		
Erro puro	0,226	2	0,11		
Total	1405,958	10			

$R^2 = 0,8534$; $F_{3;7;0,90} = 3,07$.

5.2.5.5 Viscosidade a frio de P100

Com valores que oscilaram entre 13,53 e 49,08RVU, a Tabela 88 demonstra os valores experimentais obtidos para os extrusados expandidos da fração P100 em relação à VF. Através da avaliação dos efeitos das variáveis independentes (Tabela 176 do Apêndice II) constatou-se que somente o termo linear da umidade foi estatisticamente significativo ($p < 0,10$) sobre o processo. Entretanto, a permanência da temperatura (quadrática) para cálculo dos coeficientes de regressão foi viável por apresentar p-valor menor que o nível de significância utilizado (0,10), como exposto na Tabela 95.

Tabela 95 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a frio da fração P100

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(8)	p-valor
Média	33,98	1,31	25,90	<0,001
Umidade (L)	-11,01	1,10	-9,96	<0,001
Temperatura (Q)	3,17	1,26	2,52	0,036

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,9296$.

A partir dos coeficientes de regressão foi elaborado o modelo matemático ajustado de 2ª ordem (Equação 35), sendo que através da análise de variância (Tabela 96), o referido modelo foi considerado válido devido à explicação de 92,96% das predições efetuadas pelo coeficiente de determinação.

$$VF = 33,98 - 11,01x_1 + 3,17x_2^2$$

Equação 35

Onde:

VF = Viscosidade a frio (RVU);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

Além disso, o teste F apresentou $F_{\text{calculado}}$ 16,98 vezes maior que F_{tabelado} , garantindo deste modo, a geração da superfície de resposta, conforme

demonstrado na Figura 17, para visualização do comportamento do processo em relação à VF. Os maiores valores obtidos para VF foram encontrados com umidade de condicionamento de 14% e temperatura de matriz em nas extremidades (120 ou 170°C).

Tabela 96 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a frio da fração P100

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	1028,53	2	514,27	52,81	<0,001
Resíduos	77,90	8	9,74		
Falta de ajuste	76,97	6	12,83		
Erro puro	0,93	2	0,46		
Total	1106,43	10			

$R^2 = 0,9296$; $F_{2;8;0,90} = 3,11$.

5.2.5.6 Viscosidade a frio de P200

Os resultados experimentais obtidos para os extrusados expandidos da fração P200 estão apresentados na Tabela 88 e encontraram-se dentro da faixa de 30,09 e 59,78RVU. Através da análise de efeitos (Tabela 177 do Apêndice II) verificou-se que apenas o termo linear da umidade de condicionamento apresentou-se estatisticamente significativo ($p < 0,10$). Entretanto, ficou evidenciado na Tabela 97 dos coeficientes de regressão que R^2 ficou abaixo do nível estipulado para o presente trabalho, além disso, a análise de variância apresentada na Tabela 201 do Apêndice III demonstrou valor alto para a falta de ajuste e $F_{\text{calculado}}$, apenas 1,92 vezes maior que F_{tabelado} , indicando que não foi possível obter o modelo matemático preditivo, assim como a superfície de resposta.

Tabela 97 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a frio da fração P200

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(9)	p-valor
Média	43,48	1,21	36,00	<0,001
Umidade (L)	-8,07	1,42	-5,69	<0,001

L – linear; $R^2 = 0,7825$.**5.2.5.7 Viscosidade a frio de P300**

A VF apresentou valores entre 32,50 e 49,97RVU para os extrusados expandidos da fração P300 conforme demonstrado na Tabela 88. Apesar de apresentar-se estatisticamente significativo ($p < 0,10$) na análise de efeitos (Tabela 178 do Apêndice II), a umidade de condicionamento (linear e quadrática) e interação da umidade e temperatura não podem compor o modelo matemático preditivo, pois apresentou coeficiente de determinação baixo (0,7033) (Tabela 98), e $F_{\text{calculado}}$ menor que F_{tabelado} , segundo a análise de variância (Tabela 202 do Apêndice III), restringindo a elaboração da superfície de resposta.

Tabela 98 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a frio da fração P300

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(7)	p-valor
Média	34,62	1,37	25,22	<0,001
Umidade (L)	-2,48	1,16	-2,14	0,069
Umidade (Q)	3,23	1,32	2,44	0,044
Umidade (L) x Temperatura (L)	4,01	1,63	2,45	0,044

L – linear; $R^2 = 0,7033$.**5.2.5.8 Viscosidade a frio de P300R**

Os valores experimentais para VF dos extrusados expandidos da fração P300R estão apresentados na Tabela 88 e variaram entre 28,53 e 55,78RVU. Através a Tabela 99 dos coeficientes de regressão dos termos estatisticamente significativos ($p < 0,10$) foi possível elaborar o modelo matemático ajustado de

2ª ordem apresentado na Equação 36. A análise de efeitos das variáveis independentes está apresentado na Tabela 179 do Apêndice II.

Tabela 99 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a frio da fração P300R

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(8)	p-valor
Média	38,72	1,41	27,44	<0,001
Umidade (L)	-9,35	1,19	-7,87	<0,001
Temperatura (Q)	3,26	1,36	2,40	0,043

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,8942$.

$$VF = 38,72 - 9,35x_1 + 3,26x_2^2$$

Equação 36

Onde:

VF = Viscosidade a frio (RVU);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

O modelo obtido na equação acima foi válido por ser explicado por 89,42% das predições efetuadas através do coeficiente de determinação da análise de variância (Tabela 100). Considerando o teste F, que apresentou $F_{\text{calculado}}$ 10,87 vezes maior que F_{tabelado} , foi possível gerar a superfície de resposta da Figura 17, onde verificou-se que maiores viscosidades são obtidos com 14% de umidade de condicionamento e temperatura de matriz próximo a 120 ou 170°C, dentro das faixas estudadas.

Tabela 100 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a frio da fração P300R

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	761,60	2	380,80	33,82	<0,001
Resíduos	90,08	8	11,26		
Falta de ajuste	89,85	6	14,97		
Erro puro	0,23	2	0,12		
Total	851,68	10			

$R^2 = 0,8942$; $F_{2;8;0,90} = 3,11$.

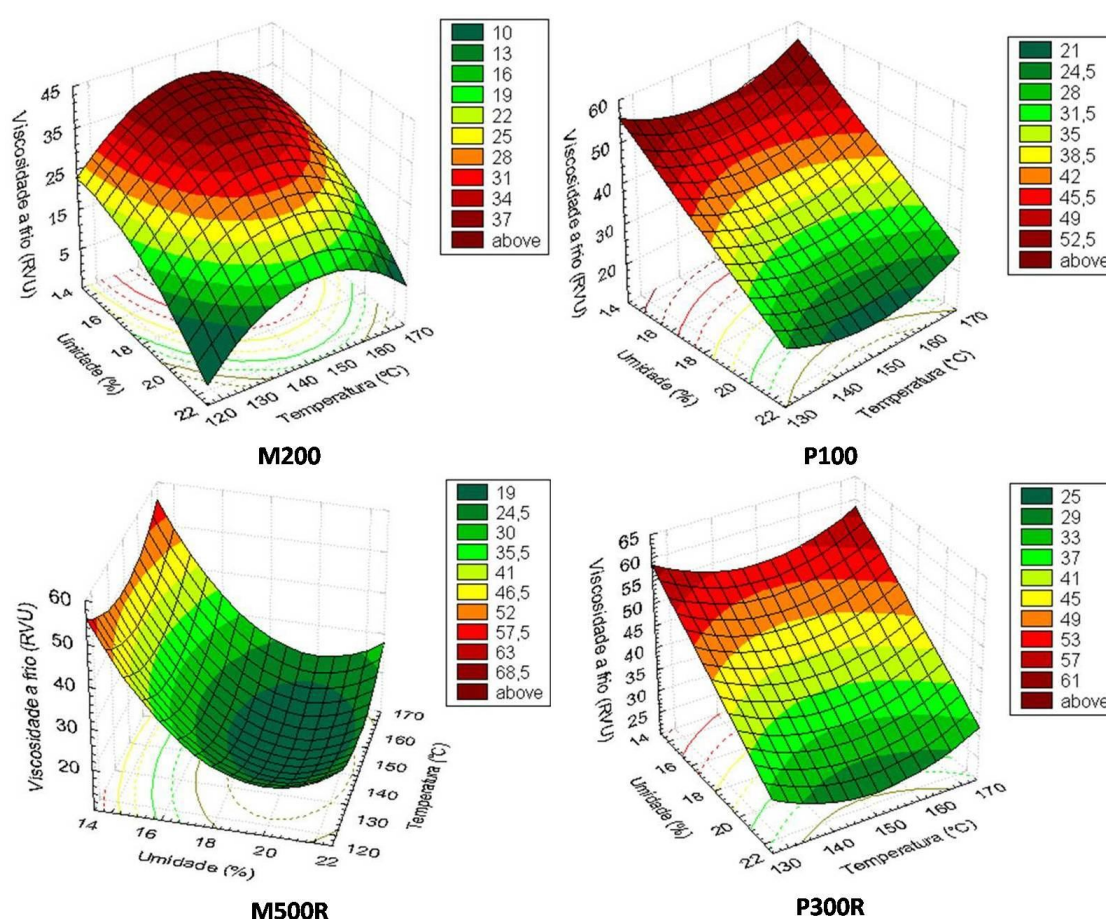


Figura 17 – Superfícies de resposta para a viscosidade a frio dos extrusados expandidos das frações de milho dentado e duro.

5.2.5.9 Discussão da viscosidade a frio

A VF é função da umidade e da temperatura utilizada durante o processo de extrusão. Além disso, ainda sofre influência de outros fatores como taxa de alimentação, velocidade de rosca, tamanho de partícula e composição química da matéria-prima utilizada (COLONNA et al., 1989, MERCIER et al., 1998).

Os maiores valores de VF foram obtidos com menor umidade de condicionamento. A temperatura de matriz foi estatisticamente significativa para as frações M200, M500R, P100 e P300R. Observou-se que para a fração M200 a temperatura de matriz apresentou melhor resultado em torno de 145 a 150°C, sendo que para as outras frações a faixa foi mais ampla. Colonna et al. (1989) reportaram que baixas temperaturas de extrusão não proporcionaram gelatinização e degradação suficiente para o produto e, em altas temperaturas, a viscosidade do material extrusado tornou-se elevado, e a degradação não tornou-se efetiva.

Com os resultados obtidos nos delineamentos executados, verificou-se que situações distintas ocorreram para VF em relação às duas variedades de milho utilizadas. O aumento da granulometria das frações provocou queda na VF para o milho dentado e aumento para o milho duro.

A redução da granulometria do *grits* fino proporcionou maiores valores de VF para os ensaios com baixos teores de umidade de condicionamento, no entanto, em umidades elevadas este efeito não se pronunciou com tamanha consequência.

Milho dentado apresenta maior proporção de endosperma farináceo, o qual apresentou melhor hidratação durante o condicionamento facilitando a fusão do material durante a extrusão. No entanto, a viscosidade deste material fundido é baixa, e a dextrinização térmica e mecânica ocorreu em menor grau. No caso de milho duro, a presença de maior proporção de endosperma vítreo resultou em maior grau de cisalhamento durante o processo, com isso ocorreu maior

exposição de grupamentos hidrofílicos, o que resultou em maior absorção de água a frio, refletindo diretamente no aumento da VF (COLONNA et al., 1989; MERCIER et al., 1998; HUANG e ROONEY, 2001; ROONEY e SUHENDRO, 2001; STRAHM, 2004).

Para ambas as variedades, as frações com maiores teores de lipídeos (M200 e P300) apresentaram os menores valores para VF. Segundo Mitchel e Areas (1992), Harper (1994) e Carime (2000), o lipídeo atua como lubrificante durante o processo de extrusão, reduzindo o grau de cisalhamento.

Segundo Harper (1994), Colonna et al. (1998) e Huang e Rooney (2001), a VF apresentou comportamento semelhante ao IAA de extrusados expandidos. Verificou-se altos valores para os coeficientes de correlação com o IAA para as frações utilizadas (“r” máximo de 0,9323). Os maiores valores de “r” foram obtidos para as frações P100 e P300R conforme apresentado na Figura 18. Os coeficientes de correlação entre a VF e as demais variáveis dependentes estão expostos nas tabelas do Apêndice IV.

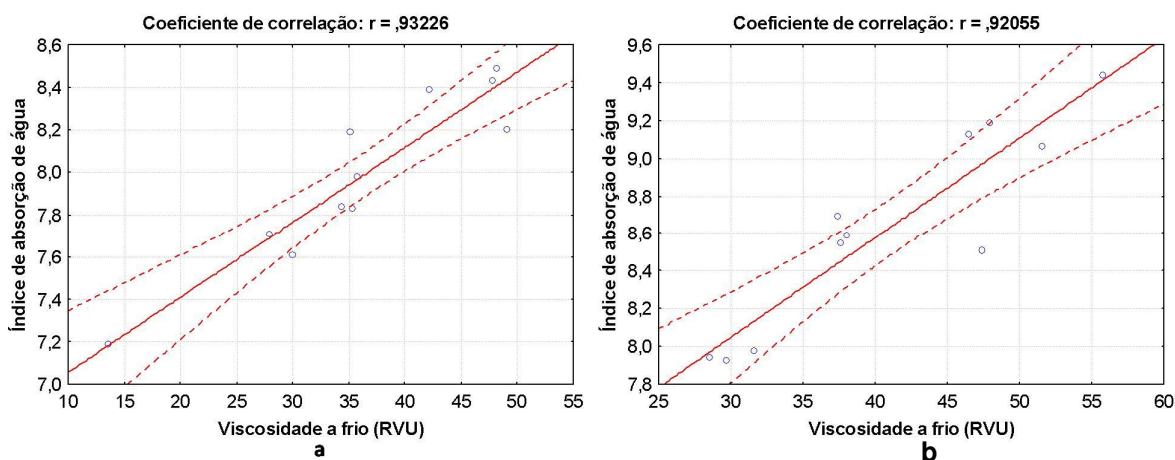


Figura 18 – Coeficiente de correlação entre viscosidade a frio e índice de absorção de água para P100 (a) e P300R (b).

Whalen et al. (1997) avaliaram a propriedade de VF de extrusados à base de farinha de trigo, arroz e milho com umidades de condicionamento entre 15 e

29% obtidos através de extrusora dupla-rosca CEXTRAL, modelo BC-72, com temperaturas de extrusão de 160 e 190°C, e verificaram que o aumento da umidade de condicionamento reduziu significativamente a VF, indicando que ocorreu redução na dextrinização e degradação mecânica e térmica do amido. Autores como Mason e Hosney (1986), Guha et al. (1998) e Borba (2005) encontraram comportamentos semelhantes para a VF em extrusados expandidos de amido de trigo, farinha de arroz e farinha de batata-doce, respectivamente.

5.2.6 Viscosidade a quente

A VQ está relacionada com o nível de degradação sofrido pelo grânulo de amido. Após destruição de sua estrutura, o grânulo perde sua capacidade de inchar quando aquecido em água e apresenta baixa viscosidade a 95°C (HAASE et al., 1995).

Produtos amiláceos submetidos à extrusão apresentam decréscimo na VQ com o aumento da temperatura de extrusão, em umidade de condicionamento constante. Em contrapartida, mantendo a temperatura constante, ocorre aumento da VQ com o aumento da umidade presente na matéria-prima. No entanto, a influência da umidade é maior em relação à temperatura (EL DASH et al., 1984, COLONNA et al., 1989; CALDWELL et al., 2000).

Os valores experimentais obtidos para a VQ estão apresentados na Tabela 101 para as frações de milho dentado e na Tabela 102 para as frações do milho duro. Ocorreu VQ máxima no ensaio 6 da fração P300 e mínima no ensaio 10 da fração M100, com valores de 80,11 e 32,33RVU, respectivamente.

Tabela 101 – Resultado experimental obtido para a viscosidade a quente para os extrusados expandidos das frações de milho dentado, expresso em RVU*

Ensaio	Níveis reais		M100	M200	M500	M500R
	U (%)	T (°C)				
1	15,2	127	47,67±1,18	49,06±0,68	52,45±2,97	52,64±0,70
2	20,8	127	34,17±1,41	39,59±3,49	49,64±1,41	43,00±0,18
3	15,2	163	56,25±2,42	43,92±1,27	48,00±1,48	55,92±0,61
4	20,8	163	40,17±1,32	38,92±1,02	45,64±0,66	54,58±0,18
5	14,0	145	45,58±0,44	43,58±1,74	46,61±0,20	52,31±0,28
6	22,0	145	34,00±1,15	38,47±0,10	34,64±0,49	40,50±0,51
7	18,0	120	32,58±0,08	40,89±1,48	59,72±1,53	42,36±0,46
8	18,0	170	37,42±1,06	41,11±1,75	38,94±0,97	44,50±0,90
9	18,0	145	33,83±0,38	45,30±0,77	40,61±0,40	35,50±1,02
10	18,0	145	32,33±1,83	45,86±1,16	45,28±1,69	36,61±0,35
11	18,0	145	33,83±2,03	46,00±0,34	48,17±0,68	34,69±0,70

* Valores expressos pela média aritmética de 3 repetições±desvio padrão;
U – Umidade de condicionamento; T – Temperatura da matriz.

Tabela 102 – Resultado experimental obtido para a viscosidade a quente para os extrusados expandidos das frações de milho duro, expresso em RVU*

Ensaio	Níveis reais		P100	P200	P300	P300R
	U (%)	T (°C)				
1	15,2	136	52,28±2,11	64,56±0,66	58,75±1,02	50,64±3,56
2	20,8	136	43,08±1,56	57,03±2,18	65,58±2,57	44,19±2,16
3	15,2	164	51,39±0,27	56,92±0,95	49,05±0,58	56,50±1,18
4	20,8	164	42,94±0,64	54,78±0,17	57,28±2,35	42,06±0,08
5	14,0	150	49,31±1,29	53,47±0,48	49,08±0,87	61,72±2,44
6	22,0	150	36,14±0,39	49,95±2,40	80,11±2,06	47,50±1,49
7	18,0	130	48,64±0,97	54,39±2,81	50,86±1,26	60,75±0,89
8	18,0	170	45,83±0,27	53,94±3,67	54,22±1,57	56,42±1,21
9	18,0	150	44,11±0,58	54,36±0,48	50,80±1,10	48,81±3,09
10	18,0	150	45,89±1,14	53,08±1,87	50,06±0,97	48,14±0,34
11	18,0	150	43,42±0,79	53,64±0,61	52,83±1,05	47,89±2,70

* Valores expressos pela média aritmética de 3 repetições±desvio padrão;
U – Umidade de condicionamento; T – Temperatura da matriz.

5.2.6.1 Viscosidade a quente de M100

Conforme apresentados na Tabela 101, os valores experimentais dos extrusados expandidos variaram entre 32,33 e 56,25RVU. Dentre as variáveis independentes estudadas, somente o termo linear da umidade apresentou

influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$) sobre a resposta (Tabela 180 do Apêndice II).

No entanto, a inclusão dos parâmetros não significativos ao resíduo, resultou em baixo coeficiente de determinação para os coeficientes de regressão, expostos na Tabela 103. O baixo valor de R^2 , aliado ao teste F da análise de variância (Tabela 203 do Apêndice III) que apresentou $F_{\text{calculado}}$ de apenas 1,88 vezes maior que F_{tabelado} , justificou a impossibilidade de obtenção do modelo matemático preditivo e da superfície de resposta.

Tabela 103 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a quente da fração M100

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(9)	p-valor
Média	28,39	2,27	12,50	<0,001
Umidade (L)	-11,70	2,67	-4,39	0,002

L – linear; $R^2 = 0,6814$.

5.2.6.2 Viscosidade a quente de M200

As respostas para VQ, apresentados na Tabela 101, apresentaram variação entre 38,47 e 49,06RVU. Visto que somente o termo linear da temperatura da matriz e a interação entre umidade de condicionamento e temperatura da matriz não apresentaram influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$), conforme exposto na Tabela 181 do Apêndice II, obteve-se os coeficientes de regressão (Tabela 104) que demonstraram efeito negativo sobre a VQ. Entretanto, os valores experimentais são explicados por apenas 76,69% através do coeficiente de determinação, o que não permitiu a elaboração do modelo matemático preditivo dentro da faixa estudada. Além disso, o valor de $F_{\text{calculado}}$ apresentou-se apenas 1,54 vezes maior que F_{tabelado} (Tabela 204 do Apêndice III), impossibilitando a geração da superfície de resposta.

Tabela 104 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a quente da fração M200

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(7)	p-valor
Média	45,71	1,14	40,08	<0,001
Umidade (L)	-2,72	0,70	-3,88	0,006
Umidade (Q)	-1,88	0,83	-2,26	0,059
Temperatura (Q)	-1,90	0,83	-2,27	0,057

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,7669$.

5.2.6.3 Viscosidade a quente de M500

Apesar de apresentarem valores entre 34,64 e 59,72RVU (Tabela 101) para a VQ, o efeito das variáveis independentes (Tabela 105) foi significativo somente ao termo linear da temperatura da matriz. No entanto, o coeficiente de determinação foi de apenas 0,7113, indicando que não foi possível gerar os coeficientes de regressão para elaboração do modelo matemático preditivo. Além disso, o valor de $F_{\text{calculado}}$ foi menor que o valor de F_{tabelado} (Tabela 205 do Apêndice III) justificando a falta de significância da faixa estudada das variáveis independentes em relação à resposta experimental, sendo assim, não foi possível gerar a superfície de resposta..

Tabela 105 – Análise de efeitos para a viscosidade a quente da fração M500

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	44,67*	2,97	15,02	<0,001
Umidade (L)	-5,53	3,65	-1,52	0,190
Umidade (Q)	-2,08	4,35	-0,48	0,653
Temperatura (L)	-9,47*	3,65	-2,60	0,049
Temperatura (Q)	6,68	4,35	1,53	0,186
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,23	5,15	0,04	0,967

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,7113$;

L – linear; Q – quadrático.

5.2.6.4 Viscosidade a quente de M500R

Com valores que variaram entre 34,69 e 55,92RVU, a VQ resultante dos extrusados expandidos da fração M500R encontra-se na Tabela 101. Apesar do efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$) da umidade de condicionamento e do termo quadrático da temperatura da matriz (Tabela 182 do Apêndice II), observou-se que o coeficiente de determinação dos coeficientes de regressão (Tabela 106) explicou somente 73,20% dos resultados obtidos e impossibilitou a geração do modelo matemático preditivo e da superfície de resposta. Além disso, o valor de $F_{\text{calculado}}$ em relação à F_{tabelado} foi apenas 1,36 vezes superior (Tabela 206 do Apêndice III), justificando a falta de significância das variáveis independentes sobre a resposta dentro da faixa estudada.

Tabela 106 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a quente da fração M500R

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(7)	p-valor
Média	35,57	2,81	12,64	<0,001
Umidade (L)	-3,46	1,73	-2,01	0,085
Umidade (Q)	7,10	2,06	3,45	0,011
Temperatura (Q)	5,60	2,06	2,72	0,030

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,7320$.

5.2.6.5 Viscosidade a quente de P100

As faixas utilizadas para as variáveis independentes resultaram em VQ entre 36,14 e 52,28RVU para os extrusados expandidos da fração P100 conforme apresentado na Tabela 102. Somente o termo linear da umidade e quadrático da temperatura apresentou efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$) conforme apresentado na Tabela 183 do Apêndice II. A partir dos coeficientes de regressão (Tabela 107) foi elaborado o modelo matemático ajustado de 2ª ordem apresentado na Equação 37.

Tabela 107 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a quente da fração P100

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(8)	p-valor
Média	44,22	0,66	66,60	<0,001
Umidade (L)	-4,54	0,56	-8,12	<0,001
Temperatura (Q)	2,08	0,64	3,26	0,011

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,9055$.

$$VQ = 44,22 - 4,54x_1 + 2,08x_2^2$$

Equação 37

Onde:

VQ = Viscosidade a quente (RVU);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

Através da análise de variância (Tabela 108), verificou-se que o modelo preditivo foi válido e explicado por coeficiente de determinação de 90,55%. Além disso, através do teste F, que apresentou valor de $F_{\text{calculado}}$ 12,32 vezes maior que F_{tabelado} , foi possível gerar a superfície de resposta apresentada na Figura 19 indicando que umidade de condicionamento de 22% e temperatura da matriz em torno de 150°C resultam em menores valores de VQ, dentro da faixa estudada.

Tabela 108 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a viscosidade a quente da fração P100

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	191,05	2	95,52	38,31	<0,001
Resíduos	19,95	8	2,49		
Falta de ajuste	16,70	6	2,78		
Erro puro	3,25	2	1,62		
Total	210,99	10			

$R^2 = 0,9055$; $F_{2;8;0,90} = 3,11$.

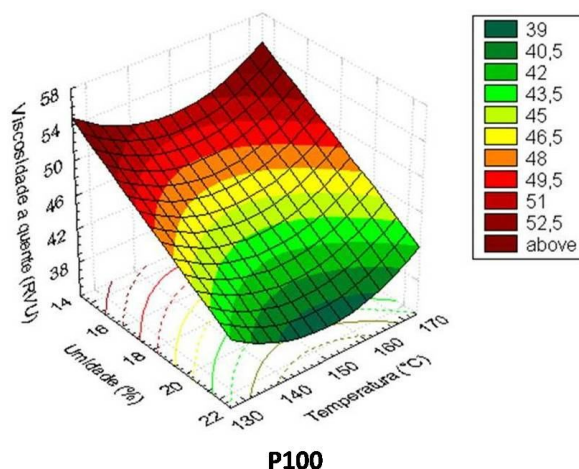


Figura 19 – Superfície de resposta para a viscosidade a quente da fração P100.

5.2.6.6 Viscosidade a quente de P200

A VQ dos extrusados expandidos obtidos pela extrusão da fração P200 variaram entre 49,95 e 64,56RVU conforme exposto na Tabela 102. No entanto, nenhuma das variáveis independentes, dentro da faixa estudada, apresentou efeito sobre a resposta conforme apresentado na Tabela 109. A falta de significância das variáveis independentes foi justificada pelo coeficiente de determinação de 0,4646 e do valor inferior de $F_{\text{calculado}}$ em relação ao F_{tabelado} da análise de variância (Tabela 207 do Apêndice III).

Tabela 109 – Análise de efeitos para a viscosidade a quente da fração P200

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	53,67*	2,19	24,50	<0,001
Umidade (L)	-3,67	2,69	-1,37	0,230
Umidade (Q)	0,74	3,21	0,23	0,827
Temperatura (L)	-2,64	2,69	-0,98	0,371
Temperatura (Q)	3,21	3,21	1,00	0,363
Umidade (L) x Temperatura (L)	2,70	3,79	0,71	0,509

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,4646$;
L – linear; Q – quadrático.

5.2.6.7 Viscosidade a quente de P300

As respostas experimentais para VQ da fração P300 estão apresentadas na Tabela 102 e encontraram-se entre 49,05 e 80,11RVU. Embora a umidade (linear e quadrática) de condicionamento apresentar efeito significativo ($p < 0,10$) (Tabela 110) e o coeficiente de determinação de 80,11%, o modelo preditivo não pode ser obtido, pois a inclusão dos fatores não significativos ao resíduo acarretará na queda do coeficiente de determinação abaixo do estipulado para o presente estudo, além disso, conforme verificado pela análise de variância (Tabela 208 do Apêndice III), o valor de $F_{\text{calculado}}$ foi apenas 1,17 vezes superior ao F_{tabelado} , indicando que não foi possível gerar a superfície de resposta.

Tabela 110 – Análise de efeitos para a viscosidade a quente da fração P300

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	51,23*	3,42	15,00	<0,001
Umidade (L)	14,75*	4,19	3,52	0,017
Umidade (Q)	12,97*	5,00	2,59	0,049
Temperatura (L)	-3,33	4,19	-0,79	0,463
Temperatura (Q)	0,84	5,00	0,17	0,873
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,70	5,92	0,12	0,910

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,8011$;
L – linear; Q – quadrático.

5.2.6.8 Viscosidade a quente de P300R

As variáveis independentes utilizadas no delineamento resultaram em VQ que variou de 42,06 a 61,72RVU para os produtos finais da fração M200 conforme apresentado na Tabela 102. No entanto, a análise de efeitos não mostrou significância estatística sobre a resposta em estudo (Tabela 111) sendo justificada pela análise de variância dos fatores completos (Tabela 209 do Apêndice III), que apresentou coeficiente de determinação explicando apenas 65,19% dos valores preditivos e $F_{\text{calculado}}$ menor que F_{tabelado} . Sendo assim, não foi possível elaborar o modelo preditivo e a superfície de resposta.

Tabela 111 – Análise de efeitos para a viscosidade a quente da fração P300R

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	48,31*	3,16	15,30	<0,001
Umidade (L)	-10,27*	3,87	-2,65	0,045
Umidade (Q)	2,16	4,62	0,47	0,660
Temperatura (L)	-0,60	3,87	-0,15	0,884
Temperatura (Q)	6,16	4,62	1,33	0,240
Umidade (L) x Temperatura (L)	-4,00	5,47	-0,73	0,498

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,6519$;
L – linear; Q – quadrático.

5.2.6.9 Discussão da viscosidade a quente

A VQ aumentou com a utilização de maior umidade de condicionamento e com a diminuição da temperatura de extrusão, sendo que o efeito da umidade foi maior que o da temperatura. Amidos extrusados com maior proporção de amilose apresentam menor VQ (EL DASH, 1981; COLONA et al, 1989).

As frações obtidas de milho dentado e duro apresentaram comportamento inverso entre a temperatura da matriz e a VQ com o aumento do tamanho das partículas das frações, onde maiores temperaturas de matriz resultaram em menor VQ. Menores umidades de condicionamento proporcionaram maiores valores para VQ.

Entretanto, as variáveis independentes apresentaram influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$) somente para a fração P100, onde umidade de condicionamento de 22% e temperatura da matriz em torno de 150°C resultaram nos menores valores de VQ.

Em geral, o aumento do tamanho das partículas das frações proporcionaram maiores valores de VQ. Foram obtidos melhores coeficientes de correlação positivos entre a VF e a VQ para as frações com menores granulometrias, sendo os maiores valores de “r” encontrados para as frações M100 e P100, conforme apresentado na Figura 20. As correlações com os valores de “r” entre VQ e as demais variáveis dependentes estão apresentados nas tabelas do Apêndice IV.

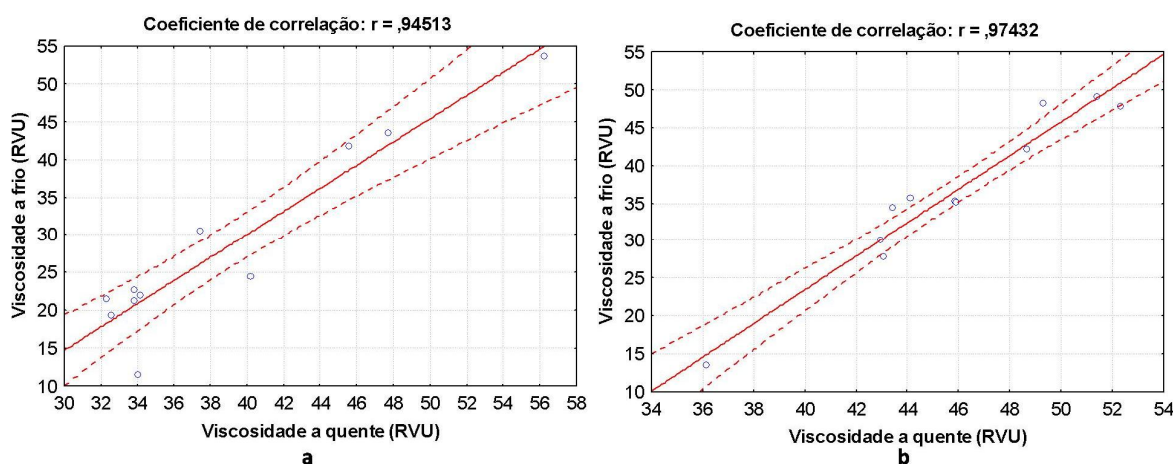


Figura 20 – Coeficiente de correlação entre viscosidade a quente e viscosidade a frio para M100 (a) e P100 (b).

Analisando o gráfico do comportamento viscoamilográfico do ensaio que apresentou o tratamento com maior severidade (ensaio 5 para cada delineamento experimental), apresentado na Figura 21, pode-se verificar que para todas as frações, ocorreu aumento após atingir a viscosidade máxima a frio, sendo este aumento maior para as frações com maior granulometria.

O fato de ocorrer o aumento da VQ em relação a VF deveu-se à parcial gelatinização do material extrusado, pois segundo Colonna et al. (1989), Pomeranz (1991), Harper (1994), Whalen (1997), Huber e Rooney (2001), Jane (2003) e Knill e Kennedy (2005), material polimérico como amido, quando

completamente gelatinizado, não apresentou aumento de viscosidade com aumento de temperatura após total solubilização.

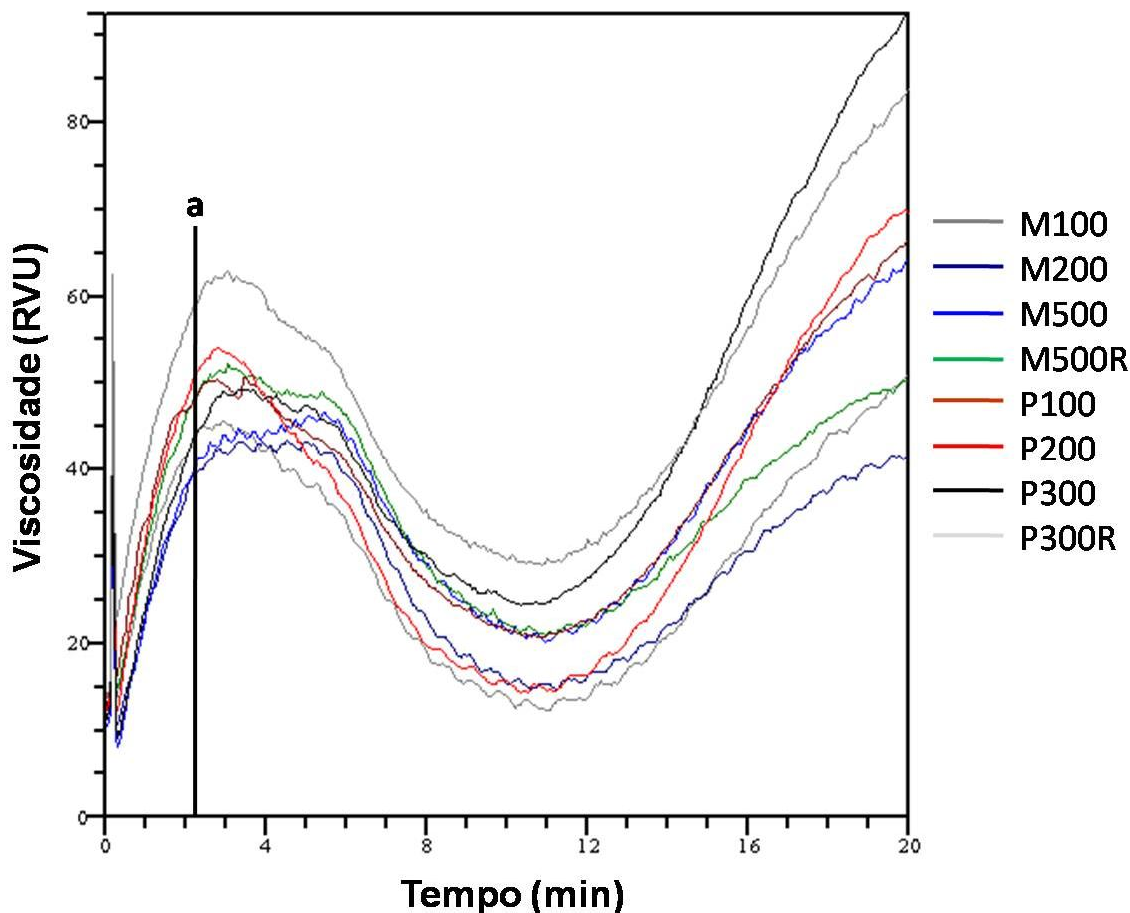


Figura 21 – Comportamento viscoamilográfico do ensaio com tratamento de maior severidade para cada fração de milho utilizada.

Nota: Tratamento severo refere-se ao ensaio 5 de cada delineamento experimental (umidade de condicionamento de 14% e temperatura da matriz de 145°C para as frações M100, M200, M500 e M500R e 150°C para as frações P100, P200, P300 e P300R;

a – Linha da viscosidade a frio.

Isto permitiu concluir que não houve completa gelatinização durante a extrusão, o que justificou o comportamento do IAA, que não se apresentou como referenciado pela literatura, pois esperava-se que o IAA sofresse redução com tratamentos severos, devido ao rompimento dos grânulos e a dextrinização do amido.

Além disso, o tamanho das partículas dos extrusados para a análise de RVA pode não ter sido adequada, uma vez que o tempo de análise foi curto. Como o material extrusado após moído foi passado por peneira de 0,250mm, e o tempo de manutenção da temperatura a 25°C para análise de VF é de somente 2min, pode não ter ocorrido hidratação suficiente, o que pode ter resultado em menor VF do material extrusado.

5.2.7 Queda de viscosidade

A QV permite avaliar a estabilidade da pasta de amido formada durante o aquecimento, sob agitação mecânica, sendo obtida pela diferença entre o pico de viscosidade durante o aquecimento e a viscosidade mínima durante temperatura e agitação constante (CALDWELL et al., 2000; HUANG e ROONEY, 2001; BORBA, 2005).

Em geral, os valores extremos para a QV dos extrusados expandidos do milho dentado (Tabela 112) e duro (Tabela 113) foram de 3,58 e 49,08RVU para o mínimo e máximo, respectivamente. O valor mínimo correspondeu ao ensaio 4 da fração M100 e o máximo ao ensaio 3 da fração P100.

Tabela 112 – Resultado experimental obtido para a queda de viscosidade para os extrusados expandidos das frações de milho dentado, expresso em RVU*

Ensaio	Níveis reais		M100	M200	M500	M500R
	U (%)	T (°C)				
1	15,2	127	21,92±0,85	31,33±0,27	19,22±0,39	32,22±0,22
2	20,8	127	5,00±0,08	15,44±1,57	8,45±0,97	41,81±0,68
3	15,2	163	26,58±0,48	25,03±0,90	22,69±0,16	32,39±0,31
4	20,8	163	3,58±0,24	13,47±0,55	10,64±0,62	38,11±0,40
5	14,0	145	33,33±0,81	29,89±0,85	26,36±0,20	30,00±0,85
6	22,0	145	3,75±0,25	12,28±0,62	4,39±0,26	43,86±0,99
7	18,0	120	6,00±0,14	22,42±1,23	23,86±0,55	39,08±0,58
8	18,0	170	14,92±0,84	19,75±0,12	9,75±0,20	35,45±0,58
9	18,0	145	12,42±0,73	18,75±0,35	16,22±0,26	34,89±1,06
10	18,0	145	13,92±0,35	19,58±0,61	17,03±0,14	35,42±0,85
11	18,0	145	11,00±0,85	20,36±0,45	15,56±0,46	34,06±0,44

* Valores expressos pela média aritmética de 3 repetições±desvio padrão;
U – Umidade de condicionamento; T – Temperatura da matriz.

Tabela 113 – Resultado experimental obtido para a queda de viscosidade para os extrusados expandidos das frações de milho duro, expresso em RVU*

Ensaio	Níveis reais		P100	P200	P300	P300R
	U (%)	T (°C)				
1	15,2	136	47,83±1,89	33,53±0,22	32,64±0,32	28,11±0,39
2	20,8	136	27,92±1,63	24,66±2,37	30,08±1,18	18,61±0,82
3	15,2	164	49,08±0,82	30,97±0,99	19,58±0,29	31,36±1,04
4	20,8	164	30,00±1,39	21,92±0,20	20,33±0,58	18,56±0,28
5	14,0	150	48,16±0,96	39,00±0,53	24,69±0,49	34,14±0,28
6	22,0	150	13,53±0,80	8,83±0,65	40,28±0,91	14,50±0,85
7	18,0	130	42,16±1,12	30,53±0,28	14,83±0,45	28,00±1,24
8	18,0	170	35,28±1,60	24,94±2,20	20,58±0,56	19,83±1,12
9	18,0	150	35,69±0,66	27,42±0,34	21,58±0,54	17,89±0,63
10	18,0	150	35,08±1,27	29,23±0,68	20,45±0,99	19,22±0,20
11	18,0	150	34,33±1,45	29,31±0,67	19,72±0,04	18,50±0,38

* Valores expressos pela média aritmética de 3 repetições±desvio padrão;
U – Umidade de condicionamento; T – Temperatura da matriz.

5.2.7.1 Queda de viscosidade de M100

Com valores que oscilaram entre 3,58 e 33,33RVU, a Tabela 112 demonstra os valores experimentais obtidos para a QV dos extrusados expandidos da fração M100. O termo quadrático da temperatura da matriz e a interação entre as duas variáveis independentes estudadas não apresentaram efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$) sobre a resposta experimental conforme visto na Tabela 184 do Apêndice II. Através dos coeficientes de regressão (Tabela 114) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) foi elaborado o modelo matemático ajustado de 2ª ordem (Equação 38) para a QV.

Tabela 114 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a queda de viscosidade da fração M100

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(7)	p-valor
Média	11,45	0,89	12,85	<0,001
Umidade (L)	-10,23	0,75	-13,63	<0,001
Umidade (Q)	3,31	0,86	3,86	0,006
Temperatura (L)	1,98	0,75	2,64	0,033

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,9674$.

$$QV = 11,45 - 10,23x_1 + 1,98x_2 + 3,31x_1^2$$

Equação 38

Onde:

QV = Queda de viscosidade (RVU);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

O modelo preditivo foi válido e explicado por 96,74% das predições efetuadas através do coeficiente de determinação da análise de variância (Tabela 115). Considerando que, através do teste F, o valor de $F_{\text{calculado}}$ foi 22,54 vezes superior ao F_{tabelado} , foi possível elaborar a superfície de resposta (Figura 22), que indicou que umidade de condicionamento de 14% e temperatura de matriz próximo a 170°C implicaram em maiores valores de QV.

Tabela 115 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a queda de viscosidade da fração M100

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	933,91	3	311,30	69,21	<0,001
Resíduos	31,48	7	4,50		
Falta de ajuste	27,22	5	5,44		
Erro puro	4,26	2	2,13		
Total	965,39	10			

$R^2 = 0,9674$; $F_{3;7;0,90} = 3,07$.

5.2.7.2 Queda de viscosidade de M200

Os valores máximos e mínimos encontrados para QV dos extrusados expandidos da fração M200 (Tabela 112) foram de 12,28 e 31,33RVU. Apesar de não ter apresentado efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$) conforme exposto na Tabela 116, o termo quadrático da umidade de condicionamento e da temperatura da matriz foi aceito para elaboração do modelo matemático completo

de 2ª ordem (Equação 39) por apresentar p-valor praticamente igual ao nível de significância utilizado.

Tabela 116 – Análise de efeitos para a queda de viscosidade da fração M200

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	19,56*	0,56	35,09	<0,001
Umidade (L)	-13,11*	0,68	-19,17	<0,001
Umidade (Q)	1,64	0,82	2,02	0,100
Temperatura (L)	-3,02*	0,68	-4,41	0,007
Temperatura (Q)	1,64	0,82	2,02	0,100
Umidade (L) x Temperatura (L)	2,17*	0,97	2,24	0,075

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9876$;
L – linear; Q – quadrático.

$$QV = 19,56 - 6,55x_1 - 1,50x_2 + 0,82x_1^2 + 0,82x_2^2 + 1,08x_1x_2$$

Equação 39

Onde:

QV = Queda de viscosidade (RVU);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

Através da análise de variância (Tabela 117), verificou-se que o modelo obtido foi válido devido ao coeficiente de determinação alto que explicou 98,76% das predições efetuadas. Além disso, tomando por base que o valor de $F_{\text{calculado}}$ foi 23,09 vezes maior que F_{tabelado} , foi gerada a superfície de resposta (Figura 22) que sugeriu umidade de condicionamento de 14% e temperatura da matriz próximo a 120°C como responsáveis pela maior QV, dentro da faixa estudada.

Tabela 117 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para a queda de viscosidade da fração M200

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	371,38	5	74,28	79,67	<0,001
Resíduos	4,66	5	0,93		
Falta de ajuste	3,36	3	1,12		
Erro puro	1,30	2	0,65		
Total	376,04	10			

$R^2 = 0,9876$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

5.2.7.3 Queda de viscosidade de M500

Apresentando valores entre 4,39 e 26,36RVU (Tabela 112) para a QV dos produtos oriundos da fração M500, o efeito das variáveis independentes sobre a resposta experimental (Tabela 118) foi estatisticamente significativo somente para o termo linear da umidade de condicionamento. No entanto, a inclusão dos fatores não significativos ao resíduo resultou em redução do coeficiente de determinação (R^2) de 0,8075 para 0,7484, abaixo do estipulado para o planejamento proposto. Considerando que $F_{\text{calculado}}$ foi apenas 1,22 vezes maior que F_{tabelado} (Tabela 210 do Apêndice III), ficou impossibilitada a elaboração do modelo matemático preditivo e da superfície de resposta.

Tabela 118 – Análise de efeitos para a queda de viscosidade da fração M500

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	16,27*	2,49	6,52	0,001
Umidade (L)	-13,49*	3,06	-4,41	0,007
Umidade (Q)	-1,33	3,65	-0,36	0,731
Temperatura (L)	-3,57	3,06	-1,17	0,296
Temperatura (Q)	0,11	3,65	0,03	0,976
Umidade (L) x Temperatura (L)	-0,64	4,32	-0,15	0,888

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,8075$;

L – linear; Q – quadrático.

5.2.7.4 Queda de viscosidade de M500R

Conforme apresentados na Tabela 112, os valores de QV dos extrusados expandidos variaram entre 30,00 e 43,86RVU para a fração M500R. A inclusão do termo quadrático da temperatura da matriz aos resíduos, por não apresentar efeito estatisticamente significativo (Tabela 185 do Apêndice II), resultou na Tabela 119 dos coeficientes de regressão. A partir desta, foi elaborado o modelo matemático ajustado de 2ª ordem apresentado na Equação 40.

Tabela 119 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para a queda de viscosidade da fração M500R

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(6)	p-valor
Média	15,22	0,94	16,15	<0,001
Umidade (L)	-6,52	0,79	-8,22	<0,001
Umidade (Q)	2,76	0,91	3,05	0,023
Temperatura (L)	1,39	0,79	1,75	0,131
Umidade (L) x Temperatura (L)	3,25	1,12	2,90	0,027

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,9363$.

$$QV = 15,22 - 6,52x_1 + 1,39x_2 + 2,76x_1^2 + 3,25x_1x_2$$

Equação 40

Onde:

QV = Queda de viscosidade (RVU);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

O modelo preditivo acima foi válido e explicado por 93,63% das predições efetuadas conforme exposto na Tabela 120. Além disso, o valor de $F_{\text{calculado}}$ foi 6,94 vezes maior que F_{tabelado} , permitindo assim, a geração da superfície de resposta (Figura 22), que indicou umidade de condicionamento de 14% e temperatura de matriz entre 120 e 130°C, como responsáveis pela maior QV, dentro da faixa estudada.

Tabela 120 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para a queda de viscosidade da fração M500R

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	443,01	4	110,75	22,06	<0,001
Resíduos	30,13	6	5,02		
Falta de ajuste	29,48	4	7,37		
Erro puro	0,65	2	0,32		
Total	473,14	10			

$R^2 = 0,9363$; $F_{4;6;0,90} = 3,18$.

5.2.7.5 Queda de viscosidade de P100

As respostas experimentais para QV demonstraram uma variação entre 13,53 e 49,08RVU para os extrusados expandidos da fração P100 (Tabela 113). A análise dos efeitos das variáveis independentes (Tabela 186 do Apêndice II) sobre a QV demonstrou que apenas o termo linear da umidade de condicionamento apresentou-se estatisticamente significativo ($p < 0,10$) e favoreceu a elaboração dos coeficientes de regressão (Tabela 121) dos termos que resultaram no modelo matemático ajustado de 1ª ordem linear apresentado na Equação 41.

Tabela 121 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a queda de viscosidade da fração P100

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(9)	p-valor
Média	19,94	0,59	34,00	<0,001
Umidade (L)	-8,19	0,69	-11,89	<0,001

L – linear; $R^2 = 0,9401$.

$$QV = 19,94 - 8,19x_1$$

Equação 41

Onde:

QV = Queda de viscosidade (RVU);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado.

A análise de variância (Tabela 122) demonstrou, através do coeficiente de determinação, que 94,01% as predições efetuadas garantiram a validade do modelo preditivo de 1ª ordem elaborado e, aliado ao teste F que indicou valor de $F_{\text{calculado}}$ 42,07 vezes superior ao F_{tabelado} , possibilitando a geração da superfície de resposta (Figura 22) que sugeriu umidade de condicionamento de 14% como responsável pelo maior valor de QV, independente da temperatura de matriz utilizada por não apresentar-se estatisticamente significativa, dentro da faixa estudada.

Tabela 122 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a queda de viscosidade da fração P100

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	534,74	1	534,74	141,35	<0,001
Resíduos	34,05	9	3,78		
Falta de ajuste	33,14	7	4,73		
Erro puro	0,91	2	0,46		
Total	568,79	10			

$R^2 = 0,9401$; $F_{1;9;0,90} = 3,36$.

5.2.7.6 Queda de viscosidade de P200

As respostas para QV demonstraram, através da Tabela 113, uma variação entre 8,83 e 39,00RVU. Somente o termo linear da umidade de condicionamento apresentou efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$) sobre a resposta experimental (Tabela 187 do Apêndice II). No entanto, a Tabela 123, dos coeficientes de regressão dos fatores significativos, evidenciou que a inclusão dos fatores não significativos ao resíduo resultou em coeficiente de determinação abaixo do aceitado para o presente trabalho (0,7767). Além disso, a análise de variância dos fatores completos (Tabela 211 do Apêndice III) indicou que $F_{\text{calculado}}$ foi apenas 1,66 vezes maior que F_{tabelado} , impossibilitando a elaboração do modelo matemático preditivo e da superfície de resposta.

Tabela 123 – Coeficientes de regressão para os fatores completos para a queda de viscosidade da fração P200

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(9)	p-valor
Média	27,30	1,15	23,67	<0,001
Umidade (L)	-7,58	1,35	-5,60	<0,001

L – linear; $R^2 = 0,7767$.

5.2.7.7 Queda de viscosidade de P300

As respostas experimentais para QV dos extrusados expandidos da fração P300 variaram entre 14,83 e 40,28RVU, conforme apresentados na Tabela 113. Apesar do termo quadrático da umidade de condicionamento ter apresentado efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$), segundo a Tabela 124, o coeficiente de determinação da análise de variância para os fatores completos (Tabela 212 do Apêndice III) foi inferior ao limite estipulado neste trabalho e o valor de $F_{\text{calculado}}$ foi inferior ao F_{tabelado} , indicando que não foi possível elaborar o modelo matemático preditivo e a superfície de resposta.

Tabela 124 – Análise de efeitos para a queda de viscosidade da fração P300

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	20,58*	3,59	5,74	0,002
Umidade (L)	5,06	4,40	1,15	0,302
Umidade (Q)	12,24*	5,25	2,33	0,067
Temperatura (L)	-3,69	4,40	-0,84	0,440
Temperatura (Q)	-2,62	5,25	-0,50	0,639
Umidade (L) x Temperatura (L)	1,66	6,22	0,27	0,801

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,6440$;
L – linear; Q – quadrático.

5.2.7.8 Queda de viscosidade de P300R

QV para os extrusados expandidos da fração P300R encontram-se entre 14,50 e 34,14RVU conforme apresentado na Tabela 113. A análise dos efeitos (Tabela 188 do Apêndice II) para as variáveis independentes demonstrou que

apenas o termo linear da temperatura da matriz e a interação entre as variáveis independentes não se apresentaram estatisticamente significativos ($p < 0,10$).

Incluindo-se os fatores não significativos aos resíduos, a Tabela 125 apresentou os coeficientes de regressão que possibilitaram a elaboração do modelo matemático ajustado de 2ª ordem mostrada na Equação 42.

Tabela 125 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a queda de viscosidade da fração P300R

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(7)	p-valor
Média	18,54	1,44	12,90	<0,001
Umidade (L)	-6,27	0,88	-7,11	<0,001
Umidade (Q)	2,91	1,05	2,77	0,028
Temperatura (Q)	2,71	1,05	2,57	0,037

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,8980$.

$$QV = 18,54 - 6,27x_1 + 2,91x_1^2 + 2,71x_2^2$$

Equação 42

Onde:

QV = Queda de viscosidade (RVU);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

O modelo obtido foi válido e as respostas explicadas por 85,34% conforme coeficiente de determinação obtido pela análise de variância (Tabela 126). Considerando que o valor de $F_{\text{calculado}}$ foi 6,69 vezes maior que F_{tabelado} , garantiu-se a geração da superfície de resposta apresentada na Figura 22, demonstrando que maiores valores de QV foram obtidos com umidade de condicionamento de 14% e temperatura de matriz entre nos valores extremos das faixas estudadas.

Tabela 126 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a queda de viscosidade da fração P300R

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	381,98	3	127,33	20,54	0,001
Resíduos	43,39	7	6,20		
Falta de ajuste	42,51	5	8,50		
Erro puro	0,89	2	0,44		
Total	425,37	10			

$R^2 = 0,8980$; $F_{3;7;0,90} = 3,07$.

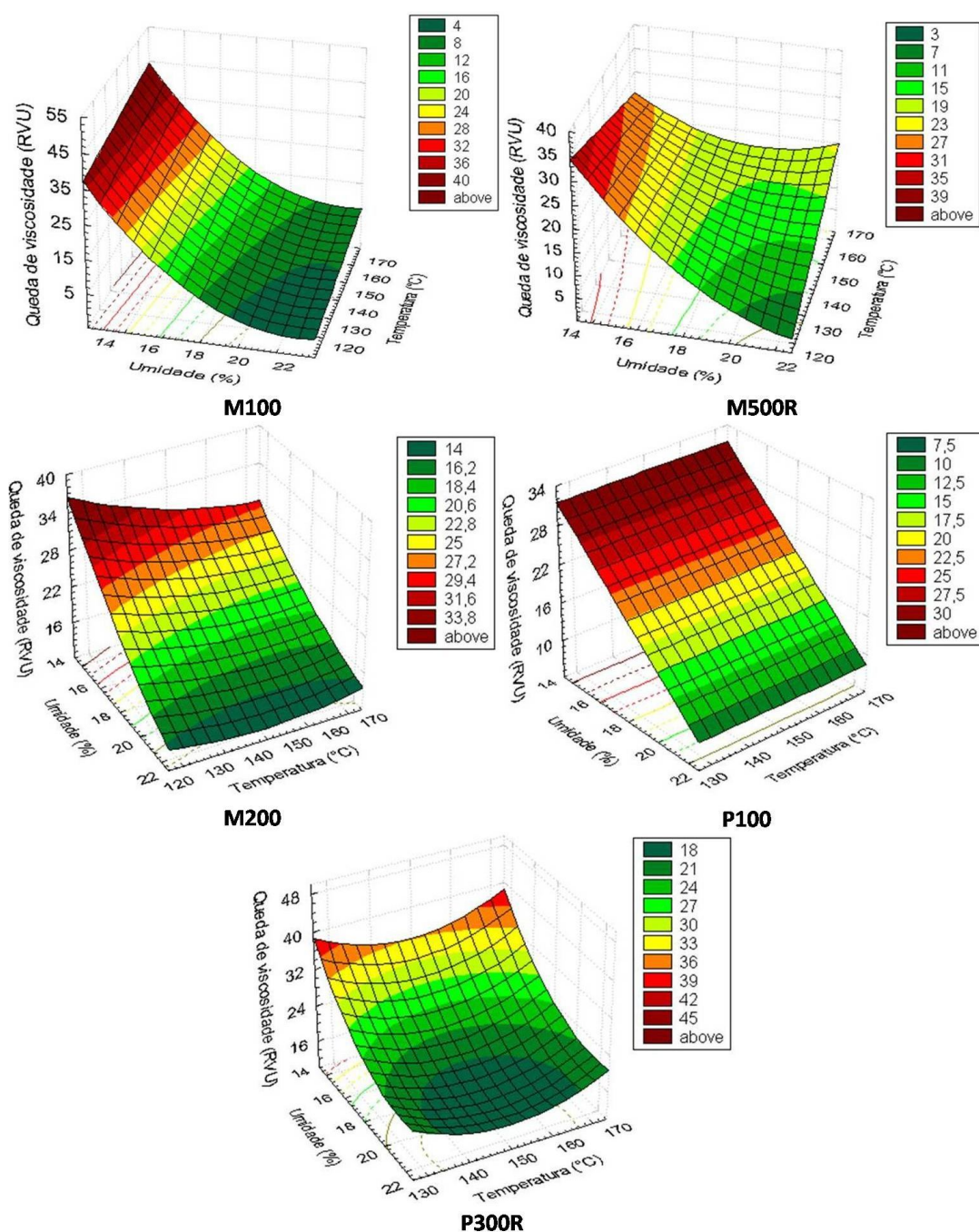


Figura 22 – Superfícies de resposta para a queda de viscosidade dos extrusados expandidos das frações de milho dentado e duro.

5.2.7.9 Discussão da queda de viscosidade

Segundo Borba (2005), a queda de viscosidade é a propriedade que avalia a estabilidade do amido em altas temperaturas e agitação constante através do perfil amilográfico. Jane (2003) citou que as propriedades dos amidos após submetido à tratamento térmico com alta pressão sofrem mudanças nas características do gel formado, variando com o teor de lipídio presente, estrutura molecular e presença de área cristalina remanescente.

Observou-se que o aumento da umidade de condicionamento resultou em menores valores para a queda de viscosidade, com exceção para a fração P300. Nas frações de granulometrias reduzidas, baixa umidade de condicionamento favoreceu menores valores para QV na fração M500R, no entanto, para a fração P300R, ocorreu aumento de QV. Em geral, a presença de maior quantidade de água no condicionamento das amostras apresentou efeito lubrificante durante o processo, sendo por isso obtidos menores valores de QV. Além disso, maiores granulometrias e diferenças na composição química, principalmente de lipídios, possibilitaram a ocorrência de maior degradação térmica e mecânica, e com essa dextrinização, ocorreu menor estabilidade do material durante o processo em agitação constante (HARPER, 1994).

Para as frações de ambas as variedades, o aumento da temperatura da matriz proporcionou redução na QV, com exceção da fração M100. Maiores temperaturas favoreceram menores viscosidades, e com isso o grau de cisalhamento foi reduzido. No caso da fração M100, acredita-se que a maior proporção de endosperma farináceo foi responsável pelo efeito da temperatura da matriz, por facilitar a degradação térmica.

As variáveis independentes não apresentaram efeito sobre a resposta em estudo para as frações M500, P200 e P300.

Nas frações que foram submetidas a redução de granulometria, observou-se que, quando ocorreu maior concentração de endosperma farináceo (M500R) foi

necessário aplicação de maior energia para promover o cisalhamento, o contrário ocorreu quando a proporção de endosperma vítreo foi maior (P300R), pois a própria dureza destas frações favoreceu o aumento de energia pelo próprio grau de cisalhamento (HUANG e ROONEY, 2001).

Os coeficientes de correlação obtidos para a QV entre as frações utilizadas e as variáveis independentes estão expostos nas tabelas do Apêndice IV. A maior dependência ocorreu com o IE da fração M200 ($r=0,9758$) e a VF de P100 ($r=0,9691$), conforme exposto na Figura 23. Maiores coeficientes de correlação positivos foram obtidos com as frações de menores granulometrias, principalmente para IAA, ISA e VF (Apêndice IV). Entre a QV e a FC ficou evidenciado comportamento inverso, onde maiores valores de QV resultam em menores FC.

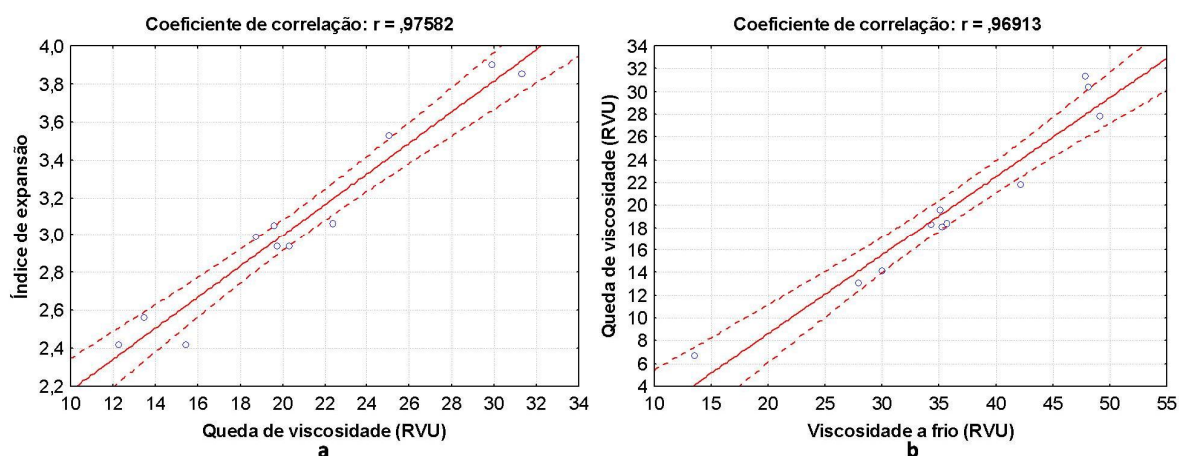


Figura 23 – Coeficientes de correlação entre queda de viscosidade e índice de expansão de M200 (a) e viscosidade a frio de P100 (b).

Borba (2005) observou que maiores umidades de condicionamento favoreceram a redução de QV ao utilizar farinha de batata-doce no processo de extrusão em extrusor mono-roscas. Comportamento inverso foi obtido por Bhattacharya et al. (1999) ao extrusar farinha de arroz em extrusor dupla-roscas. Ressalta-se que o efeito de extrusores com rosca dupla apresentam maior grau de

cisalhamento durante o processo e, além disso, o grânulo de amido de arroz é menor e apresenta formato diferente em relação ao de amido de milho e de batata-doce, apresentando maior susceptibilidade à degradação e dextrinização (HOSENEY, 1998).

5.2.8 Tendência à retrogradação

Os valores experimentais obtidos para os produtos extrusados em relação a tendência à retrogradação estão apresentados na Tabela 127 para produtos oriundos da extrusão das frações de milho dentado e na Tabela 128 para o milho duro. Observou-se que os valores variaram entre 27,47 e 97,59RVU, onde o valor mínimo corresponde ao ensaio 5 da fração M200 e o máximo ao ensaio 2 da fração P300.

Tabela 127 – Resultado experimental obtido para a tendência à retrogradação para os extrusados expandidos das frações de milho dentado, expresso em RVU*

Ensaio	Níveis reais		M100	M200	M500	M500R
	U (%)	T (°C)				
1	15,2	127	42,17±0,63	30,83±0,77	44,50±0,59	32,22±0,22
2	20,8	127	61,83±0,55	47,00±2,34	59,19±1,42	41,81±0,68
3	15,2	163	37,08±0,51	32,58±1,17	45,53±1,40	32,39±0,31
4	20,8	163	57,25±1,94	41,89±0,93	57,78±0,78	38,11±0,40
5	14,0	145	40,08±1,65	27,47±0,44	43,19±0,60	30,00±0,85
6	22,0	145	70,00±1,02	41,78±1,57	62,75±5,26	43,86±0,99
7	18,0	120	47,58±0,17	36,33±0,99	58,47±1,04	39,08±0,58
8	18,0	170	44,92±0,84	33,78±0,51	50,36±1,24	35,45±0,58
9	18,0	145	50,17±0,77	36,53±0,84	52,67±1,47	34,89±1,06
10	18,0	145	49,58±0,64	37,41±0,51	53,53±0,41	35,42±0,85
11	18,0	145	51,08±0,75	32,03±0,85	54,00±3,34	34,06±0,44

* Valores expressos pela média aritmética de 3 repetições±desvio padrão;
U – Umidade de condicionamento; T – Temperatura da matriz.

Tabela 128 – Resultado experimental obtido para a tendência à retrogradação para os extrusados expandidos das frações de milho duro, expresso em RVU*

Ensaio	Níveis reais		P100	P200	P300	P300R
	U (%)	T (°C)				
1	15,2	136	44,25±0,94	65,34±0,82	80,25±1,59	54,17±0,87
2	20,8	136	55,44±0,80	71,94±3,38	97,59±1,74	62,97±1,12
3	15,2	164	47,17±0,76	66,11±0,20	87,31±0,42	52,44±3,55
4	20,8	164	56,44±0,43	72,78±1,64	82,92±1,69	61,28±0,26
5	14,0	150	45,58±0,75	55,56±0,38	66,28±1,34	55,00±0,01
6	22,0	150	56,42±0,59	65,92±4,68	91,78±2,33	68,41±1,83
7	18,0	130	52,11±0,75	71,11±0,98	89,53±1,70	60,44±1,27
8	18,0	170	48,64±0,70	67,14±5,12	90,36±1,06	60,20±0,96
9	18,0	150	52,47±0,75	67,42±1,43	83,00±1,65	62,72±1,03
10	18,0	150	54,67±1,14	67,14±0,48	84,81±0,28	64,47±1,72
11	18,0	150	53,28±0,75	67,89±3,59	85,69±0,44	63,68±1,13

* Valores expressos pela média aritmética de 3 repetições±desvio padrão;
U – Umidade de condicionamento; T – Temperatura da matriz.

5.2.8.1 Tendência à retrogradação de M100

Conforme a Tabela 127, as respostas experimentais obtidas para TR dos extrusados expandidos da fração M100 variaram entre 37,08 e 70,00RVU. Apenas a interação entre umidade de condicionamento e temperatura da matriz não apresentaram efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$) sobre a resposta experimental (Tabela 189 do Apêndice II). Com base nos cálculos dos coeficientes de regressão apresentados na Tabela 129, foi elaborado o modelo matemático ajustado de 2ª ordem para a TR (Equação 43).

Tabela 129 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração M100

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(6)	p-valor
Média	50,28	0,69	72,56	<0,001
Umidade (L)	10,28	0,42	24,20	<0,001
Umidade (Q)	2,13	0,51	4,19	0,006
Temperatura (L)	-1,68	0,42	-3,96	0,007
Temperatura (Q)	-2,30	0,51	-4,53	0,004

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,9909$.

$$TR = 50,28 + 10,28x_1 - 1,68x_2 + 2,13x_1^2 - 2,30x_2^2$$

Equação 43

Onde:

TR = Tendência à retrogradação (RVU);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

O modelo preditivo foi considerado válido por ser explicado por 99,09% das predições efetuadas pelo coeficiente de determinação da análise de variância (Tabela 130). Além disso, o teste F mostrou que $F_{\text{calculado}}$ foi 51,49 vezes maior que F_{tabelado} , possibilitando a geração da superfície de resposta (Figura 24) que sugeriu menores valores para TR com umidade de condicionamento de 14% e temperatura da matriz em 120°C.

Tabela 130 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração M100

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	943,27	4	235,82	163,70	<0,001
Resíduos	8,64	6	1,44		
Falta de ajuste	7,50	4	1,88		
Erro puro	1,14	2	0,57		
Total	951,91	10			

$R^2 = 0,9909$; $F_{4;6;0,90} = 3,18$.

5.2.8.2 Tendência à retrogradação de M200

Situando-se entre 27,47 e 47,00RVU, a TR para os extrusados expandidos da fração M200 estão apresentados na Tabela 127. Os efeitos das variáveis independentes encontram-se na Tabela 190 do Apêndice II e unicamente o termo linear da umidade de condicionamento apresentou influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$) sobre a resposta experimental. Com base

nos cálculos dos coeficientes de regressão (Tabela 131) foi elaborado o modelo matemático ajustado de 1ª ordem linear exposto na Equação 44.

Tabela 131 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração M200

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(9)	p-valor
Média	36,15	0,79	45,77	<0,001
Umidade (L)	5,72	0,93	6,17	<0,001

L – linear; $R^2 = 0,8088$.

$$TR = 36,15 + 5,72x_1$$

Equação 44

Onde:

TR = Tendência à retrogradação (RVU);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

Considerando que 80,88% das predições efetuadas pelo modelo foram explicadas pelo coeficiente de determinação da análise de variância (Tabela 132), o modelo gerado foi válido e também foi possível elaborar a superfície de resposta (Figura 24), uma vez que o valor de $F_{\text{calculado}}$ foi 11,33 vezes superior que F_{tabelado} .

Tabela 132 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração M200

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	261,35	1	261,35	38,08	<0,001
Resíduos	61,76	9	6,86		
Falta de ajuste	45,11	7	6,44		
Erro puro	16,66	2	8,33		
Total	323,11	10			

$R^2 = 0,8088$; $F_{1;9;0,90} = 3,18$.

Analisando a superfície de resposta foi possível averiguar que os menores valores de TR são obtidos com umidade de condicionamento da matéria-prima de 14%, independente da temperatura utilizada, por não apresentarem influência estatisticamente significativa sobre a resposta.

5.2.8.3 Tendência à retrogradação de M500

Conforme apresentados na Tabela 127, os valores da TR variaram entre 43,19 e 62,75RVU para os extrusados expandidos da fração M500. Através dos resultados do planejamento foi possível avaliar os efeitos das variáveis independentes que estão apresentados na Tabela 191 do Apêndice II. Verificou-se que apenas o termo linear da umidade de condicionamento apresentou influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$) sobre a resposta experimental. No entanto, o termo linear da temperatura da matriz foi mantida para calcular os coeficientes de regressão (Tabela 133), pois com a inclusão dos demais fatores que não são estatisticamente significativos ao resíduo, este parâmetro tornou-se estatisticamente significativo ($p < 0,10$). O modelo matemático ajustado de 1ª ordem linear para a resposta em estudo está apresentado na Equação 45.

Tabela 133 – Coeficientes de regressão para os fatores significativos para a tendência à retrogradação da fração M500

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(8)	p-valor
Média	52,91	0,57	92,90	<0,001
Umidade (L)	6,84	0,67	10,22	<0,001
Temperatura (L)	-1,48	0,67	-2,21	0,058

L – linear; $R^2 = 0,9318$.

$$TR = 52,91 + 6,84x_1 - 1,48x_2$$

Equação 45

Onde:

TR = Tendência à retrogradação (RVU);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

O modelo obtido foi válido e as respostas explicadas por 93,18% conforme coeficiente de determinação obtido pela análise de variância (Tabela 134). Considerando que o valor de $F_{\text{calculado}}$ foi 17,58 vezes maior que F_{tabelado} , foi garantida a geração da superfície de resposta apresentada na Figura 24 que sugeriu menores valores de TR com umidade de condicionamento de 14% e temperatura de matriz entre 160 e 170°C.

Tabela 134 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores significativos para a tendência à retrogradação da fração M500

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	390,16	2	195,08	54,68	<0,001
Resíduos	28,54	8	3,57		
Falta de ajuste	27,63	6	4,60		
Erro puro	0,91	2	0,45		
Total	418,70	10			

$R^2 = 0,9318$; $F_{2;8;0,90} = 3,11$.

5.2.8.4 Tendência à retrogradação de M500R

Os valores experimentais para TR dos extrusados expandidos da fração M500R estão apresentados na Tabela 127 e variaram entre 30,00 e 43,86RVU. Verificou-se através da Tabela 135 que o termo quadrático da umidade de condicionamento e a interação entre as duas variáveis independentes não apresentaram efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$) sobre a resposta experimental, mas como apresentaram p-valor próximo ao nível de significância utilizado, optou-se em incluir todos os fatores no modelo matemático completo de 2ª ordem (Equação 46).

Tabela 135 – Análise de efeitos para a tendência à retrogradação da fração M500R

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	34,79*	0,61	57,31	<0,001
Umidade (L)	8,74*	0,74	11,74	<0,001
Umidade (Q)	1,66	0,89	1,86	0,121
Temperatura (L)	-2,17*	0,74	-2,91	0,033
Temperatura (Q)	1,99*	0,89	2,24	0,075
Umidade (L) x Temperatura (L)	-1,94	1,05	-1,84	0,125

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9690$;

L – linear; Q – quadrático.

$$TR = 34,79 + 4,37x_1 - 1,08x_2 + 0,83x_1^2 + 1,00x_2^2 - 0,97x_1x_2$$

Equação 46

Onde:

TR = Tendência à retrogradação (RVU);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

O modelo preditivo foi válido e explicado por 96,90% das predições efetuadas conforme exposto na Tabela 136 da análise de variância. Além disso, o valor de $F_{\text{calculado}}$ foi 4,26 vezes maior que F_{tabelado} , permitindo assim, a geração da superfície de resposta (Figura 24), que indicou umidade de condicionamento de 14% e temperatura de matriz entre 135 e 150°C, como responsáveis por menores valores para TR, dentro da faixa estudada.

Tabela 136 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a tendência à retrogradação da fração M500R

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	443,01	5	88,60	14,71	0,005
Resíduos	30,13	5	6,03		
Falta de ajuste	29,48	4	7,37		
Erro puro	0,65	2	0,32		
Total	473,14	10			

$R^2 = 0,9690$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

5.2.8.5 Tendência à retrogradação de P100

Com valores que oscilaram entre 44,25 e 56,44RVU, a Tabela 128 demonstra os valores experimentais obtidos para os extrusados expandidos da fração P100 em relação à TR. Através da avaliação dos efeitos das variáveis independentes (Tabela 192 do Apêndice II) constatou-se que somente o termo linear da umidade de condicionamento e quadrático da temperatura da matriz foi estatisticamente significativo ($p < 0,10$) sobre o processo. No entanto, na elaboração dos coeficientes de regressão (Tabela 137) foi mantido o termo quadrático da umidade de condicionamento por apresentar p-valor próximo ao nível de significância utilizado. Com base nos coeficientes de regressão foi elaborado o modelo matemático ajustado de 2ª ordem (Equação 47).

Tabela 137 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração P100

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(7)	p-valor
Média	53,47	0,89	60,27	<0,001
Umidade (L)	4,48	0,54	8,24	<0,001
Umidade (Q)	-1,20	0,65	-1,86	0,106
Temperatura (Q)	-1,52	0,65	-2,34	0,052

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,9144$.

$$TR = 53,47 + 4,48x_1 - 1,20x_1^2 - 1,52x_2^2$$

Equação 47

Onde:

TR = Tendência à retrogradação (RVU);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

A análise de variância (Tabela 138) demonstrou, através do coeficiente de determinação, que 91,44% das predições efetuadas foram garantidas para a validade do modelo preditivo e, considerando o teste F, que indicou valor de $F_{\text{calculado}}$ 8,12 vezes superior ao F_{tabelado} , foi possível a geração da superfície de resposta (Figura 24) que sugeriu umidade de condicionamento de 14% e

temperatura de matriz em torno de 130°C como responsável pelo menor valor de TR, dentro da faixa estudada.

Tabela 138 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração P100

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	176,67	3	58,89	24,94	<0,001
Resíduos	16,53	7	2,36		
Falta de ajuste	14,05	5	2,81		
Erro puro	2,48	2	1,24		
Total	193,20	10			

$R^2 = 0,9144$; $F_{3;7;0,90} = 3,07$.

5.2.8.6 Tendência à retrogradação de P200

As faixas utilizadas para as variáveis independentes resultaram em TR entre 55,56 e 7278RVU (Tabela 128) para os extrusados expandidos da fração P200. Embora o termo linear de umidade de condicionamento ter apresentado efeito estatisticamente significativo ($p < 0,10$) (Tabela 139) e coeficiente de determinação de 80,62%, o modelo preditivo não pode ser obtido, pois a inclusão dos fatores não significativos ao resíduo acarretará na queda do coeficiente de determinação abaixo do estipulado para o presente estudo, além disso, conforme verificado pela análise de variância (Tabela 213 do Apêndice III), o valor de $F_{calculado}$ foi apenas 1,21 vezes superior ao $F_{tabelado}$, indicando que não foi possível gerar a superfície de resposta.

Tabela 139 – Análise de efeitos para a tendência à retrogradação da fração P200

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	67,47*	1,65	40,85	<0,001
Umidade (L)	6,99*	2,03	3,45	0,018
Umidade (Q)	-4,69	2,42	-1,94	0,110
Temperatura (L)	-1,00	2,03	-0,49	0,642
Temperatura (Q)	3,74	2,42	1,55	0,182
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,04	2,86	0,01	0,991

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,8062$;
L – linear; Q – quadrático.

5.2.8.7 Tendência à retrogradação de P300

As faixas utilizadas para as variáveis independentes resultaram em TR entre 66,28 e 97,59RVU conforme apresentado na Tabela 128. A análise dos efeitos mostrou que apenas a umidade linear e a interação entre as variáveis independentes apresentaram-se estatisticamente significativa ($p < 0,10$), conforme verificado na Tabela 193 do Apêndice II.

Entretanto, verificou-se que com a permanência do termo quadrático da temperatura de matriz torna-se viável, pois apresentou-se estatisticamente significativo ($p < 0,10$) para os coeficientes de regressão demonstrados na Tabela 140. Baseando-se nisto, foi elaborado o modelo matemático ajustado de 2ª ordem (Equação 48).

Tabela 140 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração P300

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(7)	p-valor
Média	82,51	1,77	46,73	<0,001
Umidade (L)	6,13	1,49	4,12	0,004
Temperatura (Q)	3,99	1,70	2,35	0,051
Umidade (L) x Temperatura (L)	-5,43	2,10	-2,59	0,036

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,8068$.

$$TR = 82,51 + 6,13x_1 + 3,99x_2^2 - 5,43x_1x_2$$

Equação 48

Onde:

TR = Tendência à retrogradação (RVU);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

O modelo obtido na equação foi válido por ser explicado por 80,68% das predições efetuadas através do coeficiente de determinação da análise de variância (Tabela 141). Considerando o teste F, que apresentou $F_{\text{calculado}}$ 3,17 vezes maior que F_{tabelado} , foi possível gerar a superfície de resposta da Figura 24, onde verificou-se que menores valores de TR foram obtidos com 14% de umidade de condicionamento e temperatura de matriz em torno de 140°C, dentro das faixas estudadas.

Tabela 141 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração P300

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	$F_{\text{calculado}}$	p-valor
Regressão	515,60	3	171,87	9,75	0,007
Resíduos	123,45	7	17,64		
Falta de ajuste	119,69	5	23,94		
Erro puro	3,76	2	1,88		
Total	639,05	10			

$R^2 = 0,8068$; $F_{3;7;0,90} = 3,07$.

5.2.8.8 Tendência à retrogradação de P300R

A TR variou entre 52,44 e 68,41RVU para a fração P300R conforme Tabela 128. Os efeitos das variáveis independentes utilizadas no estudo estão apresentados na Tabela 194 do Apêndice II, onde verificou-se que somente o termo linear da umidade de condicionamento e quadrático da temperatura da matriz apresentaram influência estatisticamente significativa ($p < 0,10$) sobre a

resposta. No entanto, o termo quadrático da umidade de condicionamento não foi incluído ao resíduo por apresentar p-valor próximo ao nível de significância utilizado.

Na Tabela 142 estão discriminados os coeficientes de regressão dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) que permitiram a elaboração do modelo matemático ajustado de 2ª ordem (Equação 49) para a TR.

Tabela 142 – Coeficientes de regressão para os fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração P300R

Fatores	Coeficiente de regressão	Erro padrão	t(7)	p-valor
Média	63,64	1,12	57,04	<0,001
Umidade (L)	4,58	0,68	6,70	<0,001
Umidade (Q)	-1,80	0,82	-2,20	0,064
Temperatura (Q)	-2,49	0,82	-3,05	0,018

L – linear; Q – quadrático; $R^2 = 0,8890$.

$$TR = 63,64 + 4,58x_1 - 1,80x_1^2 - 2,49x_2^2$$

Equação 49

Onde:

TR = Tendência à retrogradação (RVU);

x_1 = Umidade de condicionamento em nível codificado;

x_2 = Temperatura da matriz em nível codificado.

O modelo obtido foi válido e as respostas explicadas por 88,90% conforme coeficiente de determinação obtido pela análise de variância (Tabela 143). Considerando que o valor de $F_{\text{calculado}}$ foi 6,09 vezes maior que F_{tabelado} , foi garantida a geração da superfície de resposta apresentada na Figura 24, demonstrando que menores valores de TR foram obtidos com umidade de condicionamento de 14% e temperatura de matriz entre 130°C.

Tabela 143 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores estatisticamente significativos ($p < 0,10$) para a tendência à retrogradação da fração P300R

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	209,31	3	69,77	18,68	0,001
Resíduos	26,14	7	3,73		
Falta de ajuste	24,60	5	4,92		
Erro puro	1,54	2	0,77		
Total	235,45	10			

$R^2 = 0,8890$; $F_{3;7;0,90} = 3,07$.

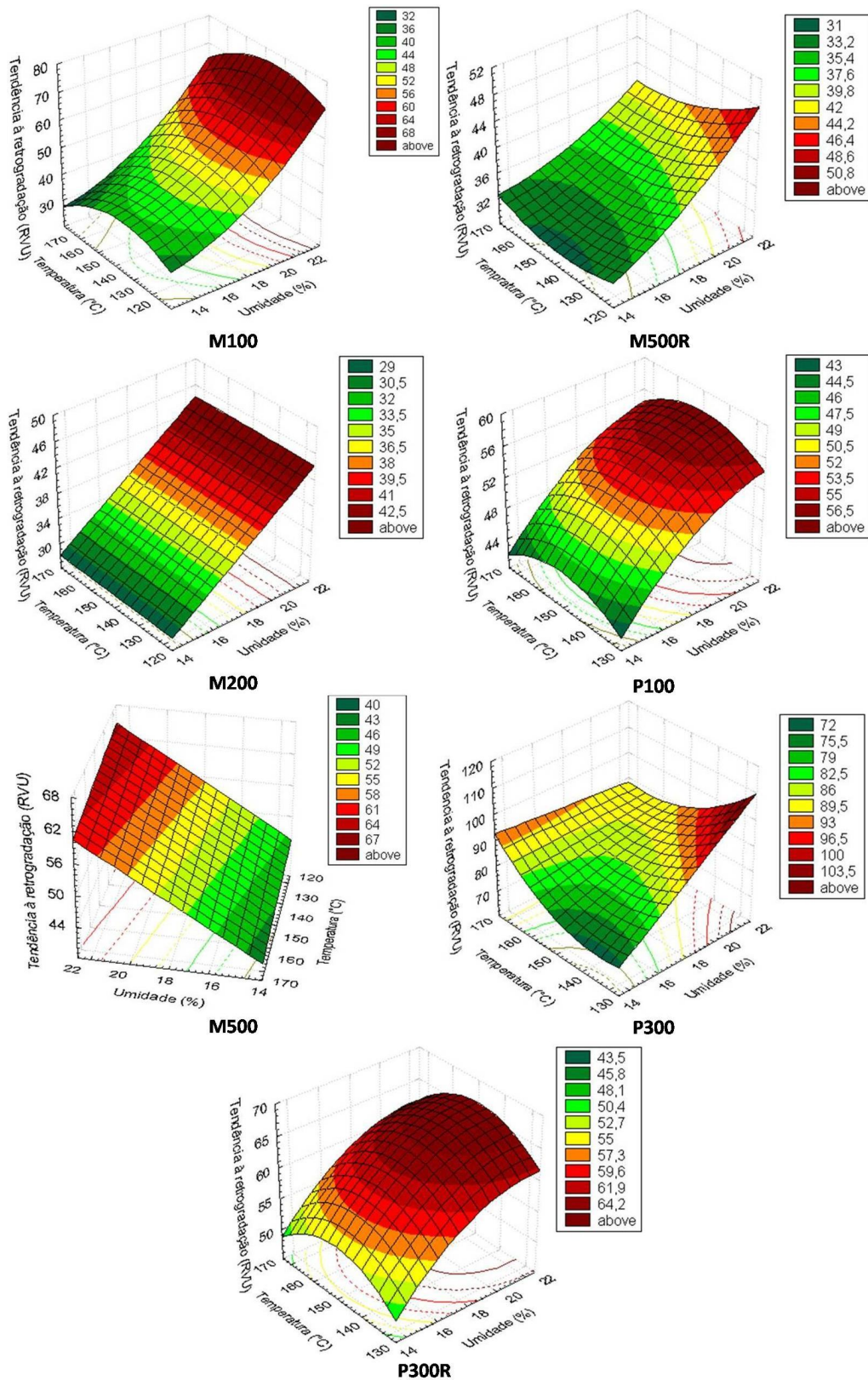


Figura 24 – Superfícies de resposta para a tendência à retrogradação dos extrusados expandidos das frações de milho dentado e duro.

5.2.1.9 Discussão da tendência à retrogradação

A tendência à retrogradação avalia o comportamento do amido durante a fase de resfriamento pelo efeito de recristalização da amilose e amilopectina através da formação de ligações de hidrogênio resultando na formação de precipitados e ocorrência de sinerese (HUANG e ROONEY, 2001; JANE, 2003; BORBA, 2005).

A umidade de condicionamento que resultou em menores valores para TR foi de 14%, limite mínimo na faixa em estudo. Whalen et al. (1997) reportou efeito semelhante para a TR em extrusados de amido de milho. A temperatura da matriz apresentou melhores resultados com baixos valores para as frações com menores granulometrias. Nas frações de milho dentado, a fração intermediária de granulometria (M200) apresentou menores valores para a TR, enquanto que as frações M100 e M500 apresentaram-se semelhantes.

Em geral, para as frações de milho duro, maiores granulometrias acarretaram em maiores TR e o aumento da umidade de condicionamento resultou em maiores valores para TR, comportamento obtido também para milho dentado. Para a fração P200, nenhuma das variáveis independentes apresentou efeito sobre a TR.

O comportamento da TR em função da temperatura da matriz apresentou relação direta quando combinado com baixas umidades, no entanto, maiores umidades de condicionamento resultaram em comportamento inverso entre a TR e a temperatura de extrusão, principalmente para a fração P300 e P300R. Desempenho semelhante para o efeito da temperatura de extrusão foi obtido por Owusu-Ansah et al. (1983) e Borba (2005).

A redução de granulometria das frações de *grits* fino resultou em menores valores para TR, principalmente nos ensaios onde as condições de extrusão foram severas (baixa umidade de condicionamento e alta temperatura de matriz). Borba (2005) citou que tratamentos severos apresentaram menores valores de TR

devido a maior degradação dos polímeros resultando em menores estruturas moleculares, reduzindo assim, a capacidade de recristalização dos mesmos.

Com exceção da fração P200, foram obtidos coeficientes de correlação positivos entre a TR e a FC (entre 0,4404 e 0,9236). Conforme apresentados nas tabelas do Apêndice IV, coeficientes de correlação negativos e estatisticamente significativos foram obtidos, principalmente, entre TR e IE, IAA, ISA, VF e QV (Apêndice IV). Maiores valores de “r” foram encontrados entre TR e IE (-0,9092) da fração M500R e FC (0,9236) da fração M200 conforme apresentado na Figura 25.

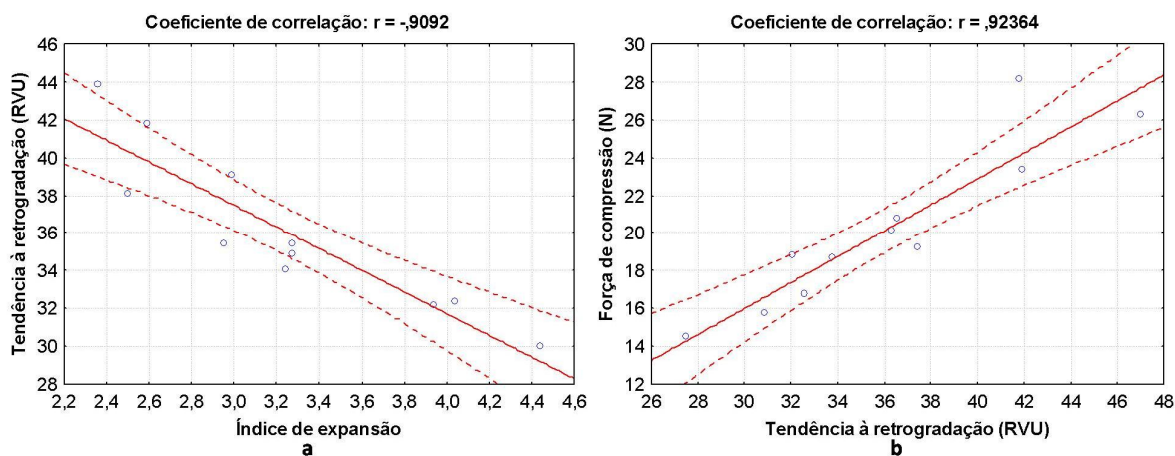


Figura 25 – Coeficientes de correlação entre tendência à retrogradação e índice de expansão de M500R (a) e força de compressão de M200 (b).

Os menores valores para a TR foram obtidos nos extrusados expandidos da fração M200. Acredita-se que este fato esteja relacionado com o alto teor de lipídeos encontrados na amostra. Conforme Jane (2003), o lipídio atua como lubrificante durante o processo de extrusão, retardando a dextrinização por cisalhamento mecânico sem influenciar em outras características tecnológicas como o IE, pois também pode atuar como emulsificante quando encontrado na forma de monoglicerídeo, principalmente, favorecendo a retenção do vapor de água no extrusado durante o processo de expansão.

6 CONCLUSÃO

Avaliando-se as características físico-químicas das frações de milho dentado e duro utilizadas apresentaram diferenças estatisticamente significativas ($p < 0,05$) entre a composição química, sendo que as frações de milho dentado proporcionaram maiores teores proteicos e lipídicos na granulometria intermediária (M200). As frações de milho duro com maior granulometria apresentaram maiores teores de proteína e lipídio. Em relação ao teor de amilose, não houve diferença significativa entre as variedades.

Em relação à granulometria, as frações utilizadas de cada uma das variedades de milho foram classificadas como farinha fina (M100 e P100 – maior proporção entre 0,500 e 0,177mm), farinha grossa (M200 e P200 – maior proporção entre 0,840 e 0,250mm) e *grits* fino (M500 e P300 – maior proporção entre 0,840 e 0,500mm) para a fração menor, intermediária e maior, respectivamente. Com a redução de tamanho da fração maior (*grits* fino) obteve-se uma farinha com granulometria semelhante à farinha intermediária (farinha grossa).

Avaliando-se o comportamento físico das amostras pode-se concluir que, para a dureza das frações de milho dentado e duro, verificou-se que somente a fração intermediária apresentou diferença entre a dureza (M200 e P200), sendo que as demais frações apresentaram-se semelhantes. Em relação à cor, em todas as frações foi verificado que a luminosidade e o ângulo de saturação sofreram redução e a cromaticidade aumentou com maiores granulometrias. Com isso, granulometrias maiores apresentaram tonalidades amarelas de maior intensidade.

Na matéria-prima, quanto maior a granulometria e a proporção de endosperma vítreo, menores valores de o índice de absorção de água (IAA) e o índice de solubilidade em água (ISA) foram obtidos em função da redução da difusividade da água e compactação do endosperma. A redução da granulometria de M500 e P300 em M500R e P300R, respectivamente, aumentou significativamente IAA e ISA para ambas as frações das variedades de milho, por proporcionarem maior área de contato.

O aumento da granulometria para ambas as variedades de milho estudadas proporcionou redução nos valores das propriedades viscoamilográficas (Viscosidade máxima - $V_{\max}$, Viscosidade mínima - $V_{\min}$, Queda de viscosidade - QV, Viscosidade final - V_{final} e tendência à retrogradação - TR), com exceção para a QV das frações intermediárias (M200 e P200). Na fração de granulometria reduzida (M500R e P300R), para ambas as variedades, ocorreu aumento significativo nas propriedades viscoamilográficas, principalmente para a QV, V_{final} e TR, que apresentaram-se maior do que na fração de farinha fina (M100 e P100).

Em relação ao amido extraído de cada variedade, não foi verificada diferença significativa nas propriedades viscoamilográficas. Com isto, concluiu-se que as diferenças nessas propriedades apresentadas nas frações foi decorrente da presença de componentes químicos (principalmente proteínas e lipídios) sendo que as proteínas são responsáveis pela compactação do endosperma, resultando em diferenças entre proporção de endosperma vítreo e farináceo, além do tamanho da partícula.

Quando submetidos ao processo de extrusão, com umidade de condicionamento entre 14 e 22% e temperatura da matriz entre 120 e 170°C para milho dentado e 130 e 170°C para milho duro, observou-se que a umidade de condicionamento apresentou maior efeito sobre as variáveis dependentes estudadas dos extrusados expandidos em relação à temperatura da matriz. As variáveis independentes não apresentaram efeito significativo sobre a fração P200 para todas as respostas, exceto para o índice de expansão (IE).

O tamanho da partícula das farinhas apresentou maior influência no IE das frações do milho dentado e, além disso, a redução da granulometria mostrou-se efetiva resultando em aumento de até 30% no IE para as frações de milho dentado (M500 para M500R) e de 8% para milho duro (P300 para P300R), mostrando-se uma alternativa para obtenção de produtos com melhores características tecnológicas de IE.

Produtos com textura de menor força de compressão (FC) foram obtidos nas frações M200 e P100. Frações com granulometrias reduzidas mostraram-se favoráveis para obtenção de produtos com melhores características de textura, uma vez que esta é um fator de alta consideração do ponto de vista do consumidor. Além disso, também foi verificado que a FC apresenta grande correlação negativa com o IE, dentro da faixa estudada.

O IAA e o ISA mostraram-se altamente dependentes da severidade do processo de extrusão e apresentaram correlação direta com o IE. As frações intermediárias (M200 e P200) apresentaram maiores valores de IAA e valores semelhantes de IAA foram obtidos para as frações com granulometria reduzida (M500R e P300R) em relação às frações de origem (M500 e P300), respectivamente. Para o ISA, a fração P300R apresentou maiores valores em relação a P300, enquanto que não houve o mesmo comportamento entre as frações M500R e M500, para o milho dentado.

O comportamento viscoamilográfico foi altamente influenciado pela granulometria e pela severidade do processo, com exceção para a QV. A viscosidade a frio (VF) sofreu decréscimo com o aumento da granulometria para o milho dentado e apresentou-se semelhante no milho duro. A viscosidade a quente (VQ) sofreu aumento com frações de maiores granulometrias, embora esse aumento tenha apresentado menor intensidade para M200. A QV e TR sofreram aumento com frações de maiores granulometrias, mas também apresentaram comportamento específico para M200, devido aos menores valores em relação à M100. Para as frações do milho dentado, a temperatura resultou em maior

influência nas características viscoamilográficas em relação ao milho duro, provavelmente pela menor proporção de endosperma vítreo do milho dentado, o qual foi responsável por gerar maior atrito durante o processo de extrusão.

Considerando as características tecnológicas de maior importância para a produção de extrusados expandidos (IE e FC) e as condições experimentais utilizadas, os melhores resultados foram obtidos na fração intermediária (M200) para o milho dentado, com umidade de condicionamento de 14% e temperatura de matriz em torno de 130°C, e fração menor (P100) para o milho duro, com as mesmas condições de processo para o milho dentado.

A redução de granulometria do *grits* fino (M500 e P300) de ambas as variedades resultando nas frações M500R e P300R para milho dentado e duro, respectivamente, apresentou-se como uma alternativa por proporcionar características tecnológicas melhores, principalmente para IE dos extrusados expandidos em relação à qualquer uma das frações utilizadas neste estudo.

Em geral, verificou-se que a separação das variedades de milho poderá resultar em benefícios muito importantes para o processo de extrusão, visando a produção de extrusados expandidos, uma vez que cada fração de ambas as variedades apresentaram características específicas aos produtos finais.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AACC. American Association of Cereal Chemists. **Approved methods of the American Association of Cereal Chemists**. v.1. 9th ed. St. Paul, 1995.

AACC. American Association of Cereal Chemists. **Approved methods of the American Association of Cereal Chemists**. v.2. 9th ed. St. Paul, 1995.

AARCHIT Enterprises - Leader in trading and manufacturing of corn products. **On line**. Disponível em <http://aarchit.com/grits.aspx>. Acesso em 23 de novembro de 2008.

ABIA – Associação Brasileira das Indústrias da Alimentação. **Indústria da alimentação - principais indicadores econômicos**. Disponível em <http://www.abia.org.br/anexos/FichaTecnica.pdf>. Acesso em 27 de outubro de 2008.

ALEXANDER, R. J. Corn dry milling: Processes, products and applications. *In*: WATSON, S. A.; RAMSTAD, P. E. **Corn: Chemistry and technology**. AACC, St. Paul, p.351-376, 1987.

ALMEIDA-DOMINGUEZ, H. D.; SUHENDRO, E. L. ROONEY, L. W. Factors affecting rapid visco analyser curves for the determination of corn kernel hardness. **Journal of Cereal Science**. Oxford, v.25, n°1, p.93-102, 1997.

ALVES, R. M. L.; GROSSMANN, M. V. E. Parâmetros de extrusão para produção de “snacks” de farinha de cará (*Ddioscorea alata*). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**. Campinas, v.22, n°1, p.32-38, 2002.

ALVIN, I. D. **Efeito da extrusão termoplástica sobre propriedades funcionais e nutricionais de farinha à base de milho, caseína e derivados de levedura**. Campinas – SP, 2001, 114f. Dissertação (Mestrado em Ciência da Nutrição) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas. 2001.

ANDERSON, R. A.; CONWAY, H. F.; PFEIFER, V. V.; GRIFFIN JR., E. L. Gelatinization of corn grits by roll and extrusion cooking. **Cereal Science Today**, Minneapolis: AACC, v.14, n°1, p.4-7, 1969.

ANTON, A. A.; LUCIANO, F. B. Instrumental texture evaluation of extruded snacks foods: A review. **Ciencia y Tecnología Alimentaria**. v.5, n°.4, p.245-251, 2007.

AOAC. Association of Official Analytical Chemists. **Official methods of analysis of the AOAC International**. v.1, 16th ed. Arlington: AOAC International, 1995.

Applications Manual for the Rapid Visco™ Analyser. Newport Scientific Pty. Ltd. Australian, 1998.

ASCHERI, J. L. R; NASCIMENTO, R. E. Caracterização de cultivares de milho para moagem a seco. **Comunicado técnico**. Rio de Janeiro, n°.53, p.1 e 2, 2002. [ISSN 0103-5231]. Disponível em www.ctaa.embrapa.br. Acesso em 05 de setembro de 2007.

ASCHERI, J. L. R. Qualidade tecnológica de derivados de milho para extrusão. *In: Processo de extrusão de alimentos: aspectos tecnológicos para o desenvolvimento e produção de alimentos extrusados para o consumo humano e animal*. Embrapa. Agroindústria de Alimentos. p.3-16. Rio de Janeiro, 2007.

BATTERMAN-AZCONA, S. J.; HAMAKER, B. R. Changes occurring in protein body structure and alpha-zein during cornflake processing. **Cereal Chemistry**. St. Paul, v.75, n°.2, p.217-221, 1998.

BATTERMAN-AZCONA, S. J.; LAWTON, J. W.; HAMAKER, B. R. Effect of specific mechanical energy on protein bodies and α -zeins in corn flour extrudates. **Cereal Chemistry**. St. Paul, v.76, n°2, p.316-320, 1999.

BARROS NETO, B.; SCARMÍNIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos** Pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria. 2º ed. Campinas: Editora Unicamp, 2003, 401p.

BECKER, A.; HILL, S. E.; MITCHELL, J. R. Relevance of amylose-lipid complex to the behavior of thermally processed starches. **Starch-Stärke**. Weinheim, v.53, n°.3-4, p.121-130, 2001.

BELITZ, H. D.; GROSCH, W. **Química de los Alimentos**. 2ª edição. Editora Acribia, S.A. Zaragoza, 1997. 1063p.

BHATNAGAR, S.; HANNA, M. A. Amylose-lipid complex formation during single-screw extrusion of various corn starches. **Cereal Chemistry**. St. Paul, v.71, n°.6, p.582-587, 1994.

BHATTACHARYA, M.; ZEE, S. Y.; CORKE, H. Physicochemical properties related to quality of rice noodles. **Cereal Chemistry**. St. Paul, v.76, n°.6, p.861-867, 1999.

BOOTH, R. G. **Snack food**. New York: Van Nostrand Reinhold, 1990. 401p.

BORBA, A. M. **Efeito de alguns parâmetros operacionais nas características físicas, físico-químicas e funcionais de extrusados de farinha de batata-doce (*Ipomoea batatas*)**. Piracicaba – SP, 2005, 115f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo, 2005.

BOYER, C. D.; SHANNON, J. C. Carbohydrates of the kernel. *In*: WATSON, S. A.; RAMSTAD, P. E. **Corn: Chemistry and technology**. AACC, St. Paul, p.253-272, 1987.

BOX, G. E .P.; DRAPER, N. R. **Empirical model-building and response surface**. New York: John Wiley & Sons, 669p., 1987.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento – MAPA. **Portarias**. Portaria Nº845 de 08 de novembro de 1976. Dispõem da aprovação das especificações para a padronização, classificação e comercialização interna do milho. Diário Oficial da União de 19 de novembro de 1976, Seção 1, Página 1787, 1976.

BRÜMER, T.; MEUSER, F.; VAN LENGERICHE, B.; NIEMANN, C. Expansion and functional properties of corn starch extrudates related to their molecular degradation, product temperature and water content. **Starch/Stärke**. Weinheim, v.54, nº.1, p.9-15, 2002.

CALDWELL, E. F.; FAST, R. B.; IEVOLELLA, J.; LAUHOFF, C.; LEVINE, H.; MILLER, R. C.; SLADE, L.; STRAHM, B.S. WHALEN, P. J. Unit operation and equipment. I. Blending and cooking. *In*: FAST, R. B.; CALDWELL, E. F. **Breakfast cereals and how they are made**. 2nded., AACC Inc., St. Paul, p.55-131, 2000.

CAMIRE, M. E. Chemical and nutritional changes in food during extrusion. *In*: RIAZ, M. N. **Extruders in food applications**. CRC Press, Boca Raton, p.127-147, 2000.

CIACCO, C. F.; CRUZ, R. **Fabricação de amido e sua utilização**. Série: Tecnologia Agroindustrial. Secretaria de Estado da Indústria, Comércio, Ciência e Tecnologia, São Paulo, 1982, 152p.

CEREDA, M. P. **Propriedades gerais do amido**. Fundação Cargill, (Série: Culturas de Tuberosas Amiláceas Latino-americanas, v.1), São Paulo, 2002, 221p.

COLONNA, P.; TAYEB, J. MERCIER, C. Extrusion cooking of starch and starchy products. *In*: MERCIER, C.; LINKO, P.; HARPER, J. M. **Extrusion Cooking**. AACC Inc., St. Paul, p.247-319, 1989.

CONAB. Companhia Nacional de Abastecimento. Acompanhamento da Safra Brasileira. **On line.** Disponível em http://www.conab.gov.br/conabweb/download/safra/2graos_08.09.pdf. Acesso em 18 de novembro de 2008.

CORN: layers and structures of corn kernel. **On line.** Disponível em <http://www.britannica.com/EBchecked/topic-art/103350/162/The-outer-layers-and-internal-structures-of-a-kernel-of>. Acesso em 09 de novembro de 2008.

CRUZ, J. C.; PEREIRA FILHO, I. A. Cultivares de milho para a safra 2008/2009. **On line.** Disponível em <http://www.apps.agr.br/artigos/?INFOCOD=27>. Acesso em 23 de novembro de 2008.

DARRAH, L. L.; McMULLEN, M. D.; ZUBER, M. S. Breeding, genetics and seed corn production. *In*: WHITE, P. J.; JOHNSON, L. A. **Corn: Chemistry and Technology**. AACC, St. Paul, p.35-68, 2007.

DE MONREDON, F. D.; DEVAUX, M-F.; CHAURAND, M. Particle size characterization of ground fractions of dent and flint maize. **Sciences des Aliments**. Cachan, v.16, n°. 2, p.117-132, 1996.

DE PILLI, T.; JOUPPILA, K.; IKONEN, J.; KANSIKAS, J.; DEROSI, A.; SEVERINI, C. Study on formation of starch–lipid complexes during extrusion-cooking of almond flour. **Journal of Food Engineering**. Oxford, v.87, n°4, p.495-504, 2008.

DESRUMAUX, A.; BOUVIER, J. M.; BURRI, J. Corn grits particle size and distribution effects on the characteristics of expanded extrudates. **Journal of Food Science**. Chicago, v.63, n°.5, p.857-861, 1998.

DING, Q.; AINSWORTH, P.; PLUKETT, A.; TUCKER, G.; MARSON, H. The effect of extrusion conditions on the functional and physical properties of wheat-based expanded snacks. **Journal of Food Engineering**. Oxford, v.73, n°.2, p.142-148, 2006.

DING, Q.; AINSWORTH, P.; TUCKER, G.; MARSON, H. The effect of extrusion conditions on the physicochemical properties and sensory characteristics of rice-based expanded snacks. **Journal of Food Engineering**. Oxford, v.66, n°.3, p.283-289, 2005.

DUENSING, W. J.; ROSKENS, A. B.; ALEXANDER, R. J. Corn dry milling: processes, products and applications. *In*: WHITE, P. J.; JOHNSON, L. A. **Corn: Chemistry and Technology**. AACC, St. Paul, p.407-447, 2007.

EL-DASH, A.A. Application and control of thermoplastic extrusion of cereals for food and industrial uses. *In*: POMERANZ, Y. e MUNICH, L. **Cereals: a renewable resource, theory and practice**. AACC, Saint Paul, p.165-216, 1981.

FELLOWS, P. J. **Food processing technology: Principles and practice**. Ed. CRC Press. England, 2000, 576p.

FERREIRA, R. E. **Avaliação de parâmetros do processo de extrusão e do teor de farelo de trigo adicionado em características de "snacks" expandidos de milho**. Campinas – SP, 2006, 183f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, 2006.

GONÇALVES, R. A.; SANTOS, J. P.; TOMÉ, P. H. F.; PEREIRA, R. G. F. A. ASCHERI, J. R. L.; ABREU, C. M. P. Rendimento e composição química de cultivares de milho em moagem a seco e produção de *grits*. **Ciência agrotécnica**. Lavras, v.27, nº.3, p.643-650, 2003.

GONZALEZ, R. J.; DE GREEF, D. M.; TORRES, R. L.; BORRAS, F. S.; ROBUTTI, J. Effects of endosperm hardness and extrusion temperature on properties of products obtained with grits from two commercial maize cultivars. **Lebensmittel Wissenschaft und Technologie**, London, v.337, nº.2, p.193-198, 2004.

GONZALEZ, R. J.; TORRES, R. L.; DE GREEF, D. M.; DONALDO, A.; ROBUTTI, J.; BORRAS, F. S. Efecto de la dureza del endospermo del maíz sobre las propiedades de hidratación y cocción. **Archivos Latinoamericanos de Nutricion**. Caracas, v.22, nº.4, p.354-360, 2005.

GUHA, M.; ZAKIUDDIN, A.; BHATTACHARYA, S. Effect of barrel temperature and screw speed on rapid viscoanalyser pasting behavior of rice extrudate. **International Journal of Food Science and Technology**. Chester, v.33, nº.3, p.259-266, 1998.

GUJRAL, H.S.; SINGH, N.; SINGH, B. Extrusion behavior of grits from flint and sweet corn. **Cereal Chemistry**. St. Paul. v.74, p.303-308, 2001.

GUY, R. Introduction. *In*: GUY, R. **Extrusion cooking**. Technologies and applications. Ed. CRC Press. England, p.3-4, 2001.

GUY, R. Raw materials for extrusion cooking. *In*: GUY, R. **Extrusion cooking**. Technologies and applications. Ed. CRC Press, England, p.5-28, 2001.

HARPER, J. M. Extrusion processing of starch. *In*: ALEXANDER, R. J.; ZOBEL, H. F. **Developments in carbohydrate chemistry**. 2nd edition. American Association of Cereal Chemists, St. Paul, p.37-64, 1994.

HAASE, N.U.; MINTUS, T.; WEIPERT, D. Viscosity measurements of potato starch paste with the Rapid Visco Analyzer. **Starch-Stärke**, Weinheim, v. 47, n. 4, p. 123-126, 1995.

HOSENEY, R. C. **Principles of cereal science and technology**. 2nded., AACC, St. Paul, 1998. 378p.

HUANG, D. P.; ROONEY, L. W. Starches for snack foods. *In*: LUSAS, E. W.; ROONEY, R. W. **Snack foods processing**. CRC Press, Boca Raton, p.115-136, 2001.

HUBER, G. R.; ROKEY, G. J. Extruded Snacks. *In*: BOOTH, R. G. **Snack Food**. New York: Van Nostrand Reinhold, p.107-138, 1990.

HUBER, G. R. Snack foods from cooking extruders. *In*: LUSAS, E. W.; ROONEY, R. W. **Snack foods processing**. CRC Press, Boca Raton, p.315-368, 2001.

IBGE. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Indicadores IBGE: Estatística da produção agrícola. **On line**. Disponível em http://www.ibge.gov.br/home/estatistica/indicadores/agropecuaria/lspa/lspa_200810comentarios.pdf. Acesso em 22 de novembro de 2008.

IBGE. Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Levantamento Sistemático da Produção Agrícola. **On line**. Disponível em <http://www.ibge.gov.br/home/estatistica/indicadores/agropecuaria/lspa/defaulttab.shtm>. Acesso em 25 de agosto de 2007.

JAMIM, F. F.; FLORES, R. A. Effect of separation and grinding of corn dry-milled streams on physical properties of single-screw low-speed extruded products. **Cereal Chemistry**. St. Paul. v.75, n^o.6, p.775-779, 1998.

JANE, J-L. Starch: Structure and properties. *In*: TOMASIK, P. **Chemical and functional properties of food saccharides**. CRC Press, Boca Raton, p.81-101, 2003.

JONSON, L. A. Corn: The major cereal of the Americas. *In*: KULP, K.; PONTE JR, J. G. **Handbook of cereal science and technology**. 2nded. Marcel Dekker. New York, p.31-80, 2000.

KALETUNÇ, G.; BRESLAUER, K. J. Calorimetry of pré and postextruded cereal flours. *In*: KALETUNÇ, G.; BRESLAUER, K. J. **Characterization of cereals and flours**: Properties, analysis, and applications. Ed. Marcel Dekker, New York, p.1-63, 2003.

KILLEIT, U. Vitamin retention in extrusion cooking. **Food Chemistry**. Oxford, v.49, n°.2, p.149-155, 1994.

KNILL, C. J.; KENNEDY, J. F. Starch: Commercial source and derived products. *In*: DUMITRIU, S. **Polysaccharides**. Structural diversity and functional versatility. 2nd edition, Marcel Dekker, New York, p.625-645, 2005.

KRIVANEK, A. F.; DE GROOTE, H.; GUNARATNA, N. S.; DIALLO, A. O.; FRIESEN, D. Breeding and disseminating quality protein maize (QPM) for Africa. **African Journal of Biotechnology**. Nairobi, v.6, n°.4, p.312-324, 2007.

LEE, K-M.; BEAN, S. R.; ALAVI, S.; HERRMAN, T. J.; WANISKA, R. D. Physical and biochemical properties of maize hardness and extrudates of selected hybrids. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**. Davis, v.54, n°.12, p.4260-4269, 2006.

LEORO, M. G. V. **Desenvolvimento de cereal matinal extrusado orgânico à base de farinha de milho e farelo de maracujá**. Campinas – SP, 2007, 147f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, 2007.

LI, P. X-P.; HARDACRE, A. K.; CAMPANELLA, O. H.; KIRKPATRICK, K. J. Determination of Endosperm Characteristics of 38 Corn Hybrids Using the Stenvert Hardness Test. **Cereal Chemistry**. St. Paul, v.73, n°.4, p.466-471, 1996.

LIU, K. S.; HSIEH, F. H. Protein-protein interactions in high moisture-extruded meat analogs and heat-induced soy protein gels. **Journal of the American Oil Chemists Society**. Berlin, v.84, n°.8, p.741-748, 2007.

LU, T. J.; JANE, J. L.; KELLING, P. L. SINGLETARY, G. W. Maize starch fine structures affected by ear developmental temperature. **Carbohydrates Research**. Oxford, v.282, n°x, p.157-170, 1996.

MARTINEZ, E. S. M. **Efeito do processo de extrusão na formação de complexos amido-monoglicerídeos**. Campinas – SP, 1990, 134f. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, 1990.

MASON, W. R.; HOSENEY, R. C. Factors affecting the viscosity of extrusion-cooked wheat starch. **Cereal Chemistry**. St. Paul, v.63, n°.5, p.436-441, 1986.

MAURO, D. J.; ABBAS, I. R.; ORTHOEFER, F. T. Corn starch modification and uses. *In*: WHITE, P. J.; JOHNSON, L. A. **Corn: Chemistry and Technology**. AACC, St. Paul, p.605-634, 2007.

McCARTHY, J. A. The snack industry: History, domestic and global status. *In*: LUSAS, E. W.; ROONEY, R. W. **Snack foods processing**. CRC Press, Boca Raton, p.29-35, 2001.

MERCADANTE, A. Z. Carotenoids in Foods: Sources and stability during processing and storage. *In*: SOCACIU, C. **Food Colorants: Chemical and Functional Properties**. CRC Press, Boca Raton, p.213-240, 2008.

MERCIER, C.; LINKO, P.; HARPER, J. M. **Extrusion Cooking**. 2nd ed., St. Paul: American Association of Cereal Chemists, 1998, 471p.

MESTRES, C. LOUIS-ALEXANDRE, A.; MATENCIO, F.; LAHLOU, A. Dry-milling properties of maize. **Cereal Chemistry**. St Paul. v.68, n°.1, p.51-56, 1991.

MILLER, R. C.; MULVANEY, S. J. Unit operation and equipment. IV. Extrusion and extruders. *In*: FAST, R. B.; CALDWELL, E. F. **Breakfast cereals and how they are made**. 2nded., AACC Inc., St. Paul, p.215-277, 2000.

MITCHEL, J. R.; AREAS, J. A. G. Structural changes in biopolymers during extrusion. *In*: KOKINI, J. L.; HO, C-T.; KARWE, M. V. **Food extrusion: science and technology**. Marcel Dekker, New York, p.345-360, 1992.

MONREDON, F. D.; DEVAUX, M. F.; CHAURAND, M. Particle size characterization of ground fractions of dent and flint maize. **Sciences des Aliments**. Cachan. v.16, n°.2, p.117-132, 1996.

NELLES, E. M.; DEWAR, J.; BASON, M. L.; TAYLOR, R. N. Maize starch biphasic pasting curves. **Journal of Cereal Science**. Oxford, v.31, n°.3, p.287-294, 2000.

NGONYAMO-MAJEE, D.; SHAVER, R. D.; COORS, J. G.; SAPIENZA, D.; CORREA, C. E. S.; LAUER, J. G.; BERZAGHI, P. Relationships between kernel vitreousness and dry matter degradability for diverse corn germplasm I. Development of near-infrared reflectance spectroscopy calibrations. **Animal Feed Science and Technology**. Oxford, v.142, n°.3-4, p.247-258, 2008.

ORTHOEFER, F. T.; EASTMAN, J. Corn processing and products. *In*: SMITH, C. W.; BETRÁN, J.; RUNGE, E. C. A. **Corn**. Origin, history, technology and production. John Wiley & Sons, Inc., New Jersey, p.867-896, 2004.

- ÖTLES, S.; ÇAGINDI, Ö. Carotenoids as Natural Colorants. *In*: SOCACIU, C. **Food Colorants: Chemical and Functional Properties**. CRC Press, Boca Raton, p.51-70, 2008.
- OWUSU-ANSAH, J.; VAN DE VOORT, F. R.; STANLEY, S. W. Physico-chemical changes in cornstarch as a function on extrusion variables. **Cereal Chemistry**. St. Paul, v.60, n°.4, p.319-324, 1983.
- PAIVA, E.; KRIZ, A. L.; PEIXOTO, M. J. V. V. D.; WALLACE, J. C.; LARKINS, B. A. Quantification and distribution of γ -zein in the endosperm of maize kernel. **Cereal Chemistry**. St Paul. v.68, n°.3, p.276-279, 1991.
- PAULSEN, M. R.; WATSON, S. A.; SINGH, M. Mensurement and maintenance of corn quality. *In*: WHITE, P. J.; JOHNSON, L. A. **Corn: Chemistry and Technology**. AACC, St. Paul, p.159-219, 2007.
- PEREDA, J. A. O.; RODRÍGUEZ, A. I. C.; ÁLVAREZ, L. F; SANZ, M. L. G.; MINGUILLÓN, G. D. G. F.; PERALES, L. H.; CORTECERO, M. D. S. **Tecnologia de Alimentos**. Componentes dos alimentos e processos. Vol 1. Ed. ARTMED. Porto Alegre – RS, 2005. 294p.
- PEREIRA, R. C. **Relação entre características estruturais e bioquímicas e a textura do grão de milho**. 2006. 54p. Tese (Doutorado em genética e melhoramento de plantas) – Universidade Federal de Lavras, Lavras – MG, 2006.
- POMERANZ, Y.; CZUCHAJOWSKA, Z.; MARTÍN, C. R.; LAI, F. S. Determination of corn hardness by the Stenvert Hardness Tester. **Cereal Chemistry**. St. Paul, v.73, n°.4, p.466-471, 1996.
- POMERANZ, Y. **Functional properties od food components**. 2nd. Edition, Academic Press, INC., London, 1991, 569p.
- POMERANZ, Y. **Modern cereal science and technology**. VHC Publishers, Inc., New York, 1987, 486p.
- POZZA, P. C.; et al. Avaliação da moagem e granulometria do milho e consumo de energia no processamento em moinhos de martelo. **Ciência Rural**. Santa Maria, v.35, n°.1, p.235-238, 2005.
- RANASINGHESAGARA, J.; HSIEH, F. H.; YAO, G. An image processing method for quantifying fiber formation in meat analogs under high moisture extrusion **Journal of Food Science**. Chicago, v.70, n°.8, p.450-454, 2005 .
- RIAZ, M. N. Introduction to extruders and their principles. *In*: RIAZ, M. N. **Extruders in food applications**.CRC Press, Boca Raton, p.1-23, 2000.

RIAZ, M. N. Selecting the right extruder. *In*: GAY, Robin. **Extrusion cooking – technologies and applications**. CRC Press, England, p.29-50, 2001.

ROBUTTI, J.; BORRAS, F.; GONZÁLEZ, R.; TORRES, R.; DE GREEF, D. Endosperm Properties and Extrusion Cooking Behavior of Maize Cultivars. **Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie**. London, v.35, nº.8, p.663-669, 2002.

RODRIGUES, M.I.; IEMMA, A.F. **Planejamento de experimentos e otimização de processos**. 1ª edição. Campinas: Ed. Casa do Pão, 2005, 326p.

ROONEY, L. W.; MCDONOUGH, C. M. WANISKA, R. D. The corn kernel. *In*: SMITH, C. W.; BETRÁN, J.; RUNGE, E. C. A. **Corn**. Origin, history, technology and production. John Wiley & Sons, Inc., New Jersey, p.273-303, 2004.

ROONEY, L. W.; SUHENDRO, E. L. Food quality of corn. . *In*: LUSAS, E. W.; ROONEY, R. W. **Snack foods processing**. CRC Press, Boca Raton, p.39-71, 2001.

SANDHU, K. S.; SINGH, N. Some properties of corn starches II: Physicochemical, gelatinization, retrogradation, pasting and gel textural properties. **Food Chemistry**. Oxford, v.101, nº.4, p.1499-1507, 2007.

SÉBIO, L. **Efeito de alguns parâmetros operacionais de extrusão nas propriedades físico-químicas da farinha de inhame (*Dioscorea rotundata*)**. Campinas – SP, 1996, 106f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, 1996.

SERNA-SALDIVAR, S. O.; ROONEY, L. W. Food uses of whole corns and dry-milled fractions. *In*: WATSON, S. A.; RAMSTAD, P. E. **Corn: Chemistry and technology**. AACC, St. Paul, p.399-429, 1987.

SFA. Snack Food Association. **Introduction**. Disponível em <http://www.sfa.org/who/introduction.aspx>. Acesso em 25 de outubro de 2008.

SHELTON, D. R.; LEE, W. J. Cereal carbohydrates. *In*: KULP, K.; PONTE JR, J. G. **Handbook of cereal science and technology**. 2nded. Marcel Dekker. New York, p.385-415, 2000.

SINGH, N.; BEDI, R.; GARG, R.; GARG, M.; SINGH, J. Physico-chemical, thermal and pasting properties of fractions obtained during three successive reduction milling of different corn types. **Food Chemistry**. Oxford, v.113, nº.1, p.71-77, 2009.

SNACKS - SALGADINHOS EXTRUSADOS DE MILHO. **On line**. Disponível em <http://www.ufrgs.br/alimentus/feira/prcerea/extrusad/index.htm>. Acesso em 03 de novembro de 2008.

STABLE Micro Systems. User Manual TA-XT2i Texture Analyser. England, 1997.

STATISTICA for Windows – Release 5.0 A. Tulsa: Statsoft Inc., 1995.

STRAHM, B. S. Preconditioning. *In*: RIAZ, M. N. **Extruders in food applications**. CRC Press, Boca Raton, p.115-126, 2000.

THYMI, S.; KROKIDA, M. K.; PAPPA, A.; MAROULIS, Z. B. Structural properties of extruded corn starch. **Journal of Food Engineering**. Oxford, v.68, n°.4, p.519-526, 2005.

USDA. United States Department of Agriculture. Grain: World Markets and Trade. **On line**. Disponível em <http://www.fas.usda.gov/grain/circular/2008/11-08/grainfull11-08.pdf>. Acesso em 22 de novembro de 2008.

WANG, Y; PADUA, GW. Water sorption properties of extruded zein films. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**. Davis, v.52, n°.10, p.3100-3105, 2004.

WATSON, S. A. Description, development, structure and composition of de corn kernel. *In*: WHITE, P. J.; JOHNSON, L. A. **Corn: Chemistry and Technology**. AACC, St. Paul, p.69-106, 2003.

WATSON, S. A. Mensurement and maintenance of quality. *In*: WATSON, S. A.; RAMSTAD, P. E. **Corn: Chemistry and technology**. AACC, St. Paul, p.125-173, 1987.

WATSON, S. A. Structure and composition. *In*: WATSON, S. A.; RAMSTAD, P. E. **Corn: Chemistry and technology**. AACC, St. Paul, p.53-82, 1987.

WHALEN, P. J.; BASON, M. L.; BOOTH, R. I.; WALKER, C. E. WILLIAMS, P. J. Meansurement of extrusion effects by viscosity profile using the rapid viscoanalyser. **Cereal Foods World**. St. Paul, v.42, n°.6, p.469-475, 1997.

WHITE, P. J. Properties of corn starch. *In*: HALLAUER, A. R. **Specialty corns**. 2nd ed. Boca Raton, p.33-62, 2001.

WHITE, P. J.; TZIOTIS, A. New corn starches. *In*: ELIASSON, A. C. **Starch in food**. Structure, functions and applications. CRC Press, England, p.295-320, 2004.

WHITE, P. J.; WEBER, E. J. Lipids of the kernel. . *In*: WHITE, P. J.; JOHNSON, L. A. **Corn: Chemistry and Technology**. AACC, St. Paul, p.355-405, 2007.

YAO, G.; LIU, K. S.; HSIEH, F. A new method for characterizing fiber formation in meat analogs during high-moisture extrusion. **Journal of Food Science**. Chicago, v.69, nº.7, p.303-307, 2004 .

ZHANG, W.; HOSENEY, R. C. Factors affecting expansion of corn meals with poor and good expansion properties. **Cereal Chemistry**. St. Paul, v.75, nº.5, p.639-643, 1998.

ZUBER, M. S.; DARRAH, L. L. Breeding, genetics and seed corn production. *In*: WATSON, S. A.; RAMSTAD, P. E. **Corn: Chemistry and technology**. AACC, St. Paul, p.31-52, 1987.

8 APÊNDICE

8.1 Apêndice I – Temperatura de pasta das frações e do amido e comportamento viscoamilográfico do amido de milho dentado e duro

Tabela 144 – Temperatura de pasta das frações e do amido de milho dentado e duro, expresso em RVU*

Fração	°C	Fração	°C	Amido	°C
M100	87,30±0,13 ^b	P100	84,53±0,88 ^c	Dentado	78,63±0,49 ^a
M200	93,02±0,96 ^a	P200	94,02±0,06 ^a	Duro	78,07±0,85 ^a
M500	Nd	P300	Nd		
M500R	91,85±0,35 ^a	P300R	88,35±0,48 ^b		

* Valores correspondentes à média de 3 repetições ± desvio padrão;

Nd – Valor não detectado pelo equipamento (RVA);

Médias com letras distintas na mesma coluna demonstram diferenças estatisticamente significativas entre as frações pelo teste Tukey (p<0,05).

Tabela 145 – Comportamento viscoamilográfico do amido de milho dentado e duro, expresso em RVU*

Amido	V _{max}	V _{min}	QV	VF	TR
Dentado	188,86±6,29	161,67±5,65	27,19±0,64	184,69±9,14	23,03±3,55
Duro	184,67±2,07	155,83±5,87	28,83±4,15	178,08±4,91	22,25±3,17

V_{max} – viscosidade máxima; V_{min} – viscosidade mínima; QV – queda de viscosidade; VF – viscosidade final; TR – tendência a retrogradação;

* Valores correspondentes à média de 3 repetições ± desvio padrão;

8.2 Apêndice II – Análises de efeitos

Tabela 146 – Análise de efeitos para índice de expansão da fração M100

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	3,10*	0,04	69,91	<0,001
Umidade (L)	-1,24*	0,05	-22,85	<0,001
Umidade (Q)	0,07	0,06	1,15	0,302
Temperatura (L)	-0,09	0,05	-1,66	0,158
Temperatura (Q)	-0,08	0,06	-1,17	0,294
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,01	0,08	0,13	0,902

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9906$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 147 – Análise de efeitos para índice de expansão da fração M200

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	2,99*	0,03	87,57	<0,001
Umidade (L)	-1,13*	0,04	-26,83	<0,001
Umidade (Q)	0,17*	0,05	3,45	0,018
Temperatura (L)	-0,09*	0,04	-2,09	0,091
Temperatura (Q)	0,01	0,05	0,23	0,827
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,23*	0,06	3,88	0,012

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9934$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 148 – Análise de efeitos para índice de expansão da fração M500

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	2,79*	0,10	29,06	<0,001
Umidade (L)	-1,32*	0,12	-11,18	<0,001
Umidade (Q)	0,11	0,14	0,75	0,487
Temperatura (L)	-0,18	0,12	-1,52	0,188
Temperatura (Q)	0,13	0,14	0,89	0,413
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,04	0,17	0,21	0,842

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9625$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 149 – Análise de efeitos para índice de expansão da fração M500R

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	3,26*	0,03	102,11	<0,001
Umidade (L)	-1,46*	0,04	-37,29	<0,001
Umidade (Q)	0,18*	0,05	3,91	0,011
Temperatura (L)	-0,01	0,04	-0,30	0,778
Temperatura (Q)	-0,25*	0,05	-5,34	0,003
Umidade (L) x Temperatura (L)	-0,09	0,06	-1,72	0,146

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9966$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 150 – Análise de efeitos para índice de expansão da fração P100

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	3,37*	0,03	98,16	<0,001
Umidade (L)	-0,99*	0,04	-23,50	<0,001
Umidade (Q)	-0,16*	0,05	-3,23	0,023
Temperatura (L)	-0,07	0,04	-1,68	0,154
Temperatura (Q)	-0,10	0,05	-2,01	0,101
Umidade (L) x Temperatura (L)	-0,03	0,06	-0,54	0,609

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9913$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 151 – Análise de efeitos para índice de expansão da fração P200

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	3,22*	0,07	45,47	<0,001
Umidade (L)	-1,00*	0,09	-11,53	<0,001
Umidade (Q)	-0,07	0,10	-0,69	0,522
Temperatura (L)	-0,15	0,09	-1,77	0,136
Temperatura (Q)	0,07	0,10	0,72	0,504
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,12	0,12	0,98	0,372

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9652$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 152 – Análise de efeitos para índice de expansão da fração P300

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	3,13*	0,03	91,02	<0,001
Umidade (L)	-1,00*	0,04	-23,67	<0,001
Umidade (Q)	0,08	0,05	1,60	0,170
Temperatura (L)	-0,16*	0,04	-3,87	0,012
Temperatura (Q)	0,02	0,05	0,30	0,774
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,10	0,06	1,68	0,154

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9915$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 153 – Análise de efeitos para índice de expansão da fração P300R

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	3,49*	0,01	270,96	<0,001
Umidade (L)	-1,15*	0,02	-72,96	<0,001
Umidade (Q)	-0,05*	0,02	-2,75	0,040
Temperatura (L)	<0,01	0,02	-0,26	0,805
Temperatura (Q)	-0,08*	0,02	-4,35	0,007
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,09*	0,02	4,04	0,010

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9991$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 154 – Análise de efeitos para a força de compressão da fração M100

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	27,06*	1,16	23,37	<0,001
Umidade (L)	12,35*	1,42	8,69	<0,001
Umidade (Q)	0,64	1,70	0,38	0,721
Temperatura (L)	-3,33*	1,42	-2,35	0,066
Temperatura (Q)	2,13	1,70	1,26	0,265
Umidade (L) x Temperatura (L)	-0,95	2,01	-0,48	0,655

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9431$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 155 – Análise de efeitos para a força de compressão da fração M200

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	19,61*	0,43	45,74	<0,001
Umidade (L)	9,11*	0,53	17,31	<0,001
Umidade (Q)	1,82*	0,63	2,91	0,034
Temperatura (L)	-0,98	0,53	-1,87	0,121
Temperatura (Q)	-0,11	0,63	-0,18	0,866
Umidade (L) x Temperatura (L)	-1,94*	0,74	-2,61	0,048

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9846$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 156 – Análise de efeitos para força de compressão da fração M500

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	22,48*	0,61	36,69	<0,001
Umidade (L)	5,27*	0,75	7,01	0,001
Umidade (Q)	-1,34	0,90	-1,49	0,195
Temperatura (L)	-1,03	0,75	-1,37	0,229
Temperatura (Q)	1,16	0,90	1,29	0,253
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,32	1,06	0,30	0,775

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9188$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 157 – Análise de efeitos para força de compressão da fração M500R

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	22,85*	0,97	23,61	<0,001
Umidade (L)	8,62*	1,19	7,26	0,001
Umidade (Q)	-1,61	1,42	-1,14	0,307
Temperatura (L)	-1,88	1,19	-1,59	0,173
Temperatura (Q)	2,21	1,42	1,56	0,180
Umidade (L) x Temperatura (L)	-2,55	1,68	-1,52	0,189

* Valores estatisticamente significativos a 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9261$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 158 – Análise de efeitos para força de compressão da fração P100

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	20,16*	0,85	23,66	<0,001
Umidade (L)	5,96*	1,05	5,71	0,002
Umidade (Q)	2,69*	1,25	2,16	0,083
Temperatura (L)	-0,28	1,05	-0,27	0,797
Temperatura (Q)	1,12	1,25	0,90	0,410
Umidade (L) x Temperatura (L)	-2,35	1,48	-1,59	0,172

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,8887$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 159 – Análise de efeitos para força de compressão da fração P300

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	22,54*	1,18	19,07	<0,001
Umidade (L)	7,69*	1,45	5,30	0,003
Umidade (Q)	3,54*	1,73	2,05	0,096
Temperatura (L)	-0,08	1,45	-0,05	0,959
Temperatura (Q)	3,11	1,73	1,80	0,132
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,30	2,05	0,15	0,889

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,8715$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 160 – Análise de efeitos para força de compressão da fração P300R

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	24,50*	1,63	15,03	<0,001
Umidade (L)	12,55*	2,00	6,28	0,002
Umidade (Q)	6,36*	2,39	2,67	0,044
Temperatura (L)	-3,20	2,00	-1,60	0,170
Temperatura (Q)	-0,80	2,39	-0,34	0,750
Umidade (L) x Temperatura (L)	-3,19	2,82	-1,13	0,309

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9119$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 161 – Análise de efeitos para o índice de absorção de água da fração M100

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	7,46*	0,22	34,20	<0,001
Umidade (L)	-1,45*	0,27	-5,43	0,003
Umidade (Q)	0,03	0,32	0,09	0,934
Temperatura (L)	0,24	0,27	0,90	0,407
Temperatura (Q)	-0,18	0,32	-0,56	0,600
Umidade (L) x Temperatura (L)	-0,01	0,38	-0,04	0,973

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,8600$;

L – linear; Q – quadrático.

Tabela 162 – Análise de efeitos para o índice de absorção de água da fração M200

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	7,59*	0,10	79,65	<0,001
Umidade (L)	-0,82*	0,12	-7,02	0,001
Umidade (Q)	-0,23	0,14	-1,64	0,162
Temperatura (L)	-0,07	0,12	-0,59	0,578
Temperatura (Q)	-0,28	0,14	-2,00	0,102
Umidade (L) x Temperatura (L)	-0,08	0,17	-0,51	0,632

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9168$;

L – linear; Q – quadrático.

Tabela 163 – Análise de efeitos para o índice de absorção de água da fração P100

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	8,00*	0,09	87,75	<0,001
Umidade (L)	-0,79*	0,11	-7,04	0,001
Umidade (Q)	-0,16	0,13	-1,18	0,290
Temperatura (L)	-0,28*	0,11	-2,51	0,054
Temperatura (Q)	0,11	0,13	0,85	0,433
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,07	0,16	0,41	0,698

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9219$;

L – linear; Q – quadrático.

Tabela 164 – Análise de efeitos para o índice de absorção de água da fração P300R

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	8,61*	0,13	68,46	<0,001
Umidade (L)	-1,10*	0,15	-7,16	0,001
Umidade (Q)	-0,05	0,18	-0,26	0,806
Temperatura (L)	-0,25	0,15	-1,60	0,170
Temperatura (Q)	0,12	0,18	0,65	0,543
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,05	0,22	0,23	0,829

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9160$;

L – linear; Q – quadrático.

Tabela 165 – Análise de efeitos para o índice de solubilidade em água da fração M100

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	17,91*	1,01	17,65	<0,001
Umidade (L)	-10,19*	1,24	-8,19	<0,001
Umidade (Q)	1,94	1,49	1,31	0,247
Temperatura (L)	-1,38	1,24	-1,11	0,317
Temperatura (Q)	0,76	1,49	0,51	0,630
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,76	1,76	0,43	0,683

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9335$;

L – linear; Q – quadrático.

Tabela 166 – Análise de efeitos para o índice de solubilidade em água da fração M200

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	15,40*	0,65	23,83	<0,001
Umidade (L)	-6,60*	0,79	-8,33	<0,001
Umidade (Q)	0,37	0,95	0,39	0,710
Temperatura (L)	0,50	0,79	0,64	0,553
Temperatura (Q)	-2,04*	0,95	-2,16	0,083
Umidade (L) x Temperatura (L)	-0,83	1,12	-0,74	0,493

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9383$;

L – linear; Q – quadrático.

Tabela 167 – Análise de efeitos para o índice de solubilidade em água da fração M500

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	19,30*	1,13	17,06	<0,001
Umidade (L)	-7,73*	1,39	-5,57	0,003
Umidade (Q)	-0,93	1,66	-0,56	0,599
Temperatura (L)	0,60	1,39	0,43	0,686
Temperatura (Q)	-1,66	1,66	-1,00	0,363
Umidade (L) x Temperatura (L)	-0,39	1,96	-0,20	0,850

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,8661$;

L – linear; Q – quadrático.

Tabela 168 – Análise de efeitos para o índice de solubilidade em água da fração M500R

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	14,72*	0,58	25,42	<0,001
Umidade (L)	-7,76*	0,71	-10,92	<0,001
Umidade (Q)	2,35*	0,85	2,77	0,039
Temperatura (L)	-0,79	0,71	-1,12	0,316
Temperatura (Q)	0,08	0,85	0,09	0,932
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,29	1,00	0,29	0,787

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9626$;

L – linear; Q – quadrático.

Tabela 169 – Análise de efeitos para o índice de solubilidade em água da fração P100

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	19,08*	0,61	31,03	<0,001
Umidade (L)	-8,79*	0,75	-11,65	<0,001
Umidade (Q)	-0,14	0,90	-0,15	0,885
Temperatura (L)	-2,86*	0,75	-3,79	0,013
Temperatura (Q)	0,88	0,90	0,98	0,374
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,79	1,06	0,75	0,489

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9681$;

L – linear; Q – quadrático.

Tabela 170 – Análise de efeitos para o índice de solubilidade em água da fração P200

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	22,15*	1,39	15,95	<0,001
Umidade (L)	-9,71*	1,70	-5,70	0,002
Umidade (Q)	2,82	2,03	1,39	0,224
Temperatura (L)	-1,87	1,70	-1,10	0,322
Temperatura (Q)	2,76	2,03	1,36	0,233
Umidade (L) x Temperatura (L)	-0,08	2,41	-0,04	0,973

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,8798$;

L – linear; Q – quadrático.

Tabela 171 – Análise de efeitos para o índice de solubilidade em água da fração P300

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	18,73*	0,88	21,27	<0,001
Umidade (L)	-8,08*	1,08	-7,48	0,001
Umidade (Q)	2,28	1,29	1,77	0,137
Temperatura (L)	-1,82	1,08	-1,69	0,152
Temperatura (Q)	0,12	1,29	0,09	0,931
Umidade (L) x Temperatura (L)	1,35	1,52	0,89	0,416

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9264$;

L – linear; Q – quadrático.

Tabela 172 – Análise de efeitos para o índice de solubilidade em água da fração P300R

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	21,99*	0,60	36,53	<0,001
Umidade (L)	-10,61*	0,74	-14,37	<0,001
Umidade (Q)	1,04	0,88	1,18	0,291
Temperatura (L)	-0,88	0,74	-1,19	0,288
Temperatura (Q)	-0,51	0,88	-0,58	0,585
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,11	1,04	0,11	0,920

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9593$;

L – linear; Q – quadrático.

Tabela 173 – Análise de efeitos para a viscosidade a frio da fração M100

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	21,81*	3,77	5,78	0,002
Umidade (L)	-23,39*	4,63	-5,05	0,004
Umidade (Q)	9,93	5,52	1,80	0,132
Temperatura (L)	7,12	4,63	1,54	0,185
Temperatura (Q)	8,21	5,52	1,49	0,197
Umidade (L) x Temperatura (L)	-3,75	6,54	-0,57	0,591

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,8666$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 174 – Análise de efeitos para a viscosidade a frio da fração M200

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	32,84*	1,36	24,11	<0,001
Umidade (L)	-16,33*	1,67	-9,77	0,000
Umidade (Q)	-5,62*	1,99	-2,82	0,037
Temperatura (L)	3,72*	1,67	2,22	0,077
Temperatura (Q)	-13,40*	1,99	-6,72	0,001
Umidade (L) x Temperatura (L)	2,46	2,36	1,04	0,346

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9672$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 175 – Análise de efeitos para a viscosidade a frio da fração M500R

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	17,42*	3,57	4,88	0,005
Umidade (L)	-20,01*	4,38	-4,57	0,006
Umidade (Q)	16,66*	5,23	3,19	0,024
Temperatura (L)	2,61	4,38	0,60	0,577
Temperatura (Q)	7,74	5,23	1,48	0,199
Umidade (L) x Temperatura (L)	1,07	6,19	0,17	0,870

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9639$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 176 – Análise de efeitos para a viscosidade a frio da fração P100

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	35,02*	2,09	16,73	<0,001
Umidade (L)	-22,02*	2,57	-8,58	<0,001
Umidade (Q)	-2,22	3,06	-0,73	0,501
Temperatura (L)	-1,60	2,57	-0,62	0,561
Temperatura (Q)	5,70	3,06	1,86	0,122
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,41	3,63	0,11	0,913

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9406$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 177 – Análise de efeitos para a viscosidade a frio da fração P200

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	43,03*	2,41	17,85	<0,001
Umidade (L)	-16,14*	2,96	-5,46	0,003
Umidade (Q)	-2,50	3,53	-0,71	0,510
Temperatura (L)	-2,49	2,96	-0,84	0,439
Temperatura (Q)	3,76	3,53	1,07	0,335
Umidade (L) x Temperatura (L)	2,31	4,17	0,55	0,605

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,8688$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 178 – Análise de efeitos para a viscosidade a frio da fração P300

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	32,85*	1,71	19,21	<0,001
Umidade (L)	-4,95*	2,10	-2,36	0,065
Umidade (Q)	7,55*	2,50	3,01	0,030
Temperatura (L)	-2,33	2,10	-1,11	0,317
Temperatura (Q)	3,77	2,50	1,50	0,193
Umidade (L) x Temperatura (L)	8,01*	2,96	2,70	0,043

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,8254$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 179 – Análise de efeitos para a viscosidade a frio da fração P300R

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	37,68*	2,24	16,83	<0,001
Umidade (L)	-18,69*	2,75	-6,81	0,001
Umidade (Q)	2,23	3,28	0,68	0,527
Temperatura (L)	1,87	2,75	0,68	0,526
Temperatura (Q)	7,16*	3,28	2,19	0,081
Umidade (L) x Temperatura (L)	-0,99	3,88	-0,26	0,809

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9117$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 180 – Análise de efeitos para a viscosidade a quente da fração M100

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	21,81*	3,77	5,78	0,002
Umidade (L)	-23,39*	4,63	-5,05	0,004
Umidade (Q)	9,93	5,52	1,80	0,132
Temperatura (L)	7,12	4,63	1,54	0,185
Temperatura (Q)	8,21	5,52	1,49	0,197
Umidade (L) x Temperatura (L)	-3,75	6,54	-0,57	0,591

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,8666$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 181 – Análise de efeitos para a viscosidade a quente da fração M200

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	45,71*	1,11	41,13	<0,001
Umidade (L)	-5,43*	1,36	-3,99	0,010
Umidade (Q)	-3,77*	1,63	-2,31	0,068
Temperatura (L)	-1,38	1,36	-1,01	0,358
Temperatura (Q)	-3,79*	1,63	-2,33	0,067
Umidade (L) x Temperatura (L)	2,24	1,93	1,16	0,298

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,8418$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 182 – Análise de efeitos para a viscosidade a quente da fração M500R

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	35,57*	2,70	13,19	<0,001
Umidade (L)	-6,93*	3,31	-2,10	0,090
Umidade (Q)	14,20*	3,95	3,60	0,016
Temperatura (L)	4,48	3,31	1,36	0,233
Temperatura (Q)	11,20*	3,95	2,84	0,036
Umidade (L) x Temperatura (L)	4,15	4,67	0,89	0,415

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,8244$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 183 – Análise de efeitos para a viscosidade a quente da fração P100

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	44,46*	1,04	42,65	<0,001
Umidade (L)	-9,08*	1,28	-7,10	0,001
Umidade (Q)	-0,52	1,53	-0,34	0,746
Temperatura (L)	-1,25	1,28	-0,98	0,373
Temperatura (Q)	4,01*	1,53	2,63	0,046
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,38	1,81	0,21	0,844

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9227$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 184 – Análise de efeitos para a queda de viscosidade da fração M100

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	12,45*	1,03	12,08	<0,001
Umidade (L)	-20,47*	1,26	-16,19	0,001
Umidade (Q)	6,01*	1,51	3,98	0,011
Temperatura (L)	3,97*	1,26	3,14	0,026
Temperatura (Q)	-2,12	1,51	-1,41	0,219
Umidade (L) x Temperatura (L)	-3,04	1,79	-1,70	0,149

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9835$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 185 – Análise de efeitos para a queda de viscosidade da fração M500R

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	14,01*	1,18	11,90	<0,001
Umidade (L)	-13,04*	1,44	-9,03	0,000
Umidade (Q)	6,27*	1,72	3,64	0,015
Temperatura (L)	2,77	1,44	1,92	0,113
Temperatura (Q)	2,58	1,72	1,50	0,194
Umidade (L) x Temperatura (L)	6,50*	2,04	3,19	0,024

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9561$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 186 – Análise de efeitos para a queda de viscosidade da fração P100

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	18,71*	0,94	19,91	<0,001
Umidade (L)	-16,38*	1,15	-14,20	<0,001
Umidade (Q)	0,98	1,38	0,71	0,508
Temperatura (L)	-1,94	1,15	-1,68	0,154
Temperatura (Q)	2,39	1,38	1,74	0,142
Umidade (L) x Temperatura (L)	2,28	1,63	1,40	0,221

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9767$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 187 – Análise de efeitos para a queda de viscosidade da fração P200

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	28,65*	2,42	11,83	<0,001
Umidade (L)	-15,16*	2,97	-5,11	0,004
Umidade (Q)	-3,77	3,54	-1,06	0,336
Temperatura (L)	-3,31	2,97	-1,11	0,316
Temperatura (Q)	0,07	3,54	0,02	0,985
Umidade (L) x Temperatura (L)	-0,09	4,19	-0,02	0,984

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,8510$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 188 – Análise de efeitos para a queda de viscosidade da fração P300R

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	18,54*	1,46	12,69	<0,001
Umidade (L)	-12,54*	1,79	-7,00	0,001
Umidade (Q)	5,82*	2,14	2,72	0,042
Temperatura (L)	-2,09	1,79	-1,16	0,297
Temperatura (Q)	5,42*	2,14	2,53	0,052
Umidade (L) x Temperatura (L)	-1,65	2,53	-0,65	0,543

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9248$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 189 – Análise de efeitos para a tendência à retrogradação da fração M100

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	50,28*	0,76	66,49	<0,001
Umidade (L)	20,57*	0,93	22,17	<0,001
Umidade (Q)	4,25*	1,11	3,84	0,012
Temperatura (L)	-3,37*	0,93	-3,63	0,015
Temperatura (Q)	-4,59*	1,11	-4,15	0,009
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,26	1,31	0,19	0,853

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9910$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 190 – Análise de efeitos para a tendência à retrogradação da fração M200

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	35,31*	1,65	21,40	<0,001
Umidade (L)	11,45*	2,02	5,66	0,002
Umidade (Q)	0,94	2,42	0,39	0,713
Temperatura (L)	-1,74	2,02	-0,86	0,428
Temperatura (Q)	1,37	2,42	0,57	0,595
Umidade (L) x Temperatura (L)	-3,43	2,86	-1,20	0,284

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,8736$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 191 – Análise de efeitos para a tendência à retrogradação da fração M500

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	53,41*	1,26	42,29	<0,001
Umidade (L)	13,67*	1,55	8,82	<0,001
Umidade (Q)	-1,42	1,85	-0,77	0,478
Temperatura (L)	-2,96	1,55	-1,91	0,114
Temperatura (Q)	0,04	1,85	0,02	0,985
Umidade (L) x Temperatura (L)	-1,22	2,19	-0,56	0,601

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9429$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 192 – Análise de efeitos para a tendência à retrogradação da fração P100

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	53,47*	1,02	52,62	<0,001
Umidade (L)	8,96*	1,25	7,19	0,001
Umidade (Q)	-2,41	1,49	-1,62	0,166
Temperatura (L)	-0,24	1,25	-0,20	0,853
Temperatura (Q)	-3,04*	1,49	-2,04	0,096
Umidade (L) x Temperatura (L)	-0,96	1,76	-0,55	0,609

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,9198$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 193 – Análise de efeitos para a tendência à retrogradação da fração P300

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	84,49*	2,49	33,88	<0,001
Umidade (L)	12,26*	3,06	4,01	0,010
Umidade (Q)	-4,22	3,65	-1,16	0,300
Temperatura (L)	-1,61	3,06	-0,53	0,620
Temperatura (Q)	6,76	3,65	1,85	0,123
Umidade (L) x Temperatura (L)	-10,87*	4,32	-2,52	0,053

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,8540$;
L – linear; Q – quadrático.

Tabela 194 – Análise de efeitos para a tendência à retrogradação da fração P300R

Fatores	Efeito	Erro padrão	t(5)	p-valor
Média	63,64*	1,27	49,93	<0,001
Umidade (L)	9,16*	1,56	5,86	0,002
Umidade (Q)	-3,59	1,87	-1,93	0,112
Temperatura (L)	-0,94	1,56	-0,60	0,573
Temperatura (Q)	-4,99*	1,87	-2,67	0,044
Umidade (L) x Temperatura (L)	0,02	2,21	0,01	0,993

* Valores estatisticamente significativos à 90% de confiança ($p < 0,10$); $R^2 = 0,8965$;
L – linear; Q – quadrático.

8.3 Apêndice III – Análises de variância

Tabela 195 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a força de compressão da fração P200

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	76,45	5	15,29	2,20	0,203
Resíduos	34,72	5	6,94		
Falta de ajuste	34,62	3	11,54		
Erro puro	0,10	2	0,05		
Total	111,17	10			

$R^2 = 0,6877$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

Tabela 196 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para o índice de absorção de água da fração M500

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	1,63	5	0,33	2,67	0,153
Resíduos	0,61	5	0,12		
Falta de ajuste	0,39	3	0,13		
Erro puro	0,22	2	0,11		
Total	2,25	10			

$R^2 = 0,7273$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

Tabela 197 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para o índice de absorção de água da fração M500R

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	3,19	5	0,64	3,35	0,105
Resíduos	0,95	5	0,19		
Falta de ajuste	0,13	3	0,04		
Erro puro	0,83	2	0,41		
Total	4,14	10			

$R^2 = 0,7704$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

Tabela 198 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para o índice de solubilidade em água da fração P200

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	211,92	5	42,38	7,32	0,024
Resíduos	28,94	5	5,79		
Falta de ajuste	28,32	3	9,44		
Erro puro	0,62	2	0,31		
Total	240,86	10			

$R^2 = 0,8798$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

Tabela 199 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a frio da fração M100

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	1387,75	5	277,55	6,49	0,030
Resíduos	213,72	5	42,74		
Falta de ajuste	212,53	3	70,84		
Erro puro	1,19	2	0,59		
Total	1601,47	10			

$R^2 = 0,8666$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

Tabela 200 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a frio da fração M500

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	723,84	5	144,77	1,14	0,445
Resíduos	636,21	5	127,24		
Falta de ajuste	634,26	3	211,42		
Erro puro	1,95	2	0,97		
Total	1360,05	10			

$R^2 = 0,5322$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

Tabela 201 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a frio da fração P200

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	576,95	5	115,39	6,62	0,029
Resíduos	87,12	5	17,42		
Falta de ajuste	86,97	3	9,44		
Erro puro	0,16	2	0,31		
Total	664,08	10			

$R^2 = 0,8688$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

Tabela 202 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a frio da fração P300

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	176,78	5	35,36	2,37	0,183
Resíduos	74,58	5	14,92		
Falta de ajuste	74,21	5	14,84		
Erro puro	0,36	2	0,18		
Total	251,36	10			

$R^2 = 0,8254$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

Tabela 203 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a quente da fração M100

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	1387,75	5	277,55	6,49	0,030
Resíduos	213,72	5	42,74		
Falta de ajuste	212,53	3	70,84		
Erro puro	1,19	2	0,59		
Total	1601,47	10			

$R^2 = 0,8666$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

Tabela 204 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a quente da fração M200

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	98,65	5	19,73	5,32	<0,001
Resíduos	18,53	5	3,71		
Falta de ajuste	18,26	3	6,09		
Erro puro	0,27	2	0,14		
Total	117,19	10			

$R^2 = 0,8418$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

Tabela 205 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a quente da fração M500

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	326,88	5	65,38	2,46	0,172
Resíduos	132,65	5	26,53		
Falta de ajuste	103,54	3	34,51		
Erro puro	29,10	2	14,55		
Total	459,52	10			

$R^2 = 0,7113$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

Tabela 206 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a quente da fração M500R

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	511,69	5	102,34	4,69	0,057
Resíduos	109,03	5	21,81		
Falta de ajuste	107,17	3	35,72		
Erro puro	1,86	2	0,93		
Total	620,72	10			

$R^2 = 0,8244$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

Tabela 207 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a quente da fração P200

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	62,46	5	12,49	0,87	0,560
Resíduos	71,96	5	14,39		
Falta de ajuste	71,14	3	9,44		
Erro puro	0,82	2	0,31		
Total	134,42	10			

$R^2 = 0,4646$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

Tabela 208 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a quente da fração P300

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	704,83	5	140,97	4,03	0,076
Resíduos	174,97	5	34,99		
Falta de ajuste	170,85	3	56,95		
Erro puro	4,11	2	2,06		
Total	879,79	10			

$R^2 = 0,8011$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

Tabela 209 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a viscosidade a quente da fração P300R

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	280,13	5	56,03	1,87	0,254
Resíduos	149,61	5	29,92		
Falta de ajuste	149,16	3	49,72		
Erro puro	0,45	2	0,23		
Total	429,74	10			

$R^2 = 0,6519$; $F_{5;5;0,90} = 3,35$.

Tabela 210 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para queda de viscosidade da fração M500

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	391,51	5	78,30	4,20	0,071
Resíduos	93,31	5	18,66		
Falta de ajuste	92,22	3	30,74		
Erro puro	1,08	2	0,54		
Total	484,82	10			

$R^2 = 0,8075$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

Tabela 211 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a queda de viscosidade da fração P200

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	502,10	5	100,42	5,71	0,039
Resíduos	87,91	5	17,58		
Falta de ajuste	85,62	3	9,44		
Erro puro	2,28	2	0,31		
Total	590,01	10			

$R^2 = 0,8510$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

Tabela 212 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a queda de viscosidade da fração P300

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F _{calculado}	p-valor
Regressão	349,49	5	69,90	1,81	0,265
Resíduos	193,16	5	38,63		
Falta de ajuste	191,40	3	63,80		
Erro puro	1,76	2	0,88		
Total	542,65	10			

$R^2 = 0,6440$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

Tabela 213 – Análise de variância (ANOVA) dos fatores completos para a tendência à retrogradação da fração P200

Fonte de variação	Soma dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio	F_{calculado}	p-valor
Regressão	170,23	5	34,05	4,16	0,072
Resíduos	40,91	5	8,18		
Falta de ajuste	40,62	3	9,44		
Erro puro	0,29	2	0,31		
Total	211,13	10			

$R^2 = 0,8062$; $F_{5;5;0,90} = 3,45$.

8.4 Apêndice IV – Coeficientes de correlação de Pearson

Tabela 214 – Coeficientes de correlação de Pearson ($p < 0,10$) entre as variáveis dependentes do delineamento experimental da fração M100

	IE	FC	IAA	ISA	VF	VQ	QV
FC	-0,9069						
IAA	0,9187	-0,9208					
ISA	0,9659	-0,8492	0,9180				
VF	0,8028	-0,7616	0,7691	0,8298			
VQ	0,6311	-0,6210	0,5876*	0,6703	0,9451		
QV	0,9379	-0,9184	0,9338	0,9106	0,8620	0,7436	
TR	-0,8935	0,8692	-0,8450	-0,8420	-0,8206	-0,6374	-0,8260

IE – índice de expansão; FC – Força de compressão; IAA – Índice de absorção de água; ISA – Índice de solubilidade em água; VF – Viscosidade a frio; VQ – Viscosidade a quente; QV – Queda de viscosidade; TR – Tendência à retrogradação;

* Valor não apresentou correlação estatisticamente significativa.

Tabela 215 – Coeficientes de correlação de Pearson ($p < 0,10$) entre as variáveis dependentes do delineamento experimental da fração M200

	IE	FC	IAA	ISA	VF	VQ	QV
FC	-0,9230						
IAA	0,8587	-0,8857					
ISA	0,9068	-0,8514	0,9374				
VF	0,7634	-0,7937	0,8139	0,8429			
VQ	0,7092	-0,7281	0,7246	0,6671	0,8390		
QV	0,9758	-0,9023	0,8177	0,8251	0,6748	0,7088	
TR	-0,8828	0,9236	-0,7764	-0,7813	-0,8260	-0,6694	-0,8490

IE – índice de expansão; FC – Força de compressão; IAA – Índice de absorção de água; ISA – Índice de solubilidade em água; VF – Viscosidade a frio; VQ – Viscosidade a quente; QV – Queda de viscosidade; TR – Tendência à retrogradação;

Tabela 216 – Coeficientes de correlação de Pearson ($p < 0,10$) entre as variáveis dependentes do delineamento experimental da fração M500

	IE	FC	IAA	ISA	VF	VQ	QV
FC	-0,8745						
IAA	0,7970	-0,6050					
ISA	0,8767	-0,8107	0,8814				
VF	0,6021	-0,3725*	0,7291	0,7052			
VQ	0,4316*	-0,0101*	0,6545	0,4022*	0,7896		
QV	0,8974	-0,7279	0,9052	0,9160	0,8008	0,6282	
TR	-0,8523	0,8695	-0,6627	-0,8086	-0,4877*	-0,1552*	-0,6773

IE – índice de expansão; FC – Força de compressão; IAA – Índice de absorção de água; ISA – Índice de solubilidade em água; VF – Viscosidade a frio; VQ – Viscosidade a quente; QV – Queda de viscosidade; TR – Tendência à retrogradação;

* Valor não apresentou correlação estatisticamente significativa.

Tabela 217 – Coeficientes de correlação de Pearson ($p < 0,10$) entre as variáveis dependentes do delineamento experimental da fração M500R

	IE	FC	IAA	ISA	VF	VQ	QV
FC	-0,9133						
IAA	0,8596	-0,9102					
ISA	0,9621	-0,9052	0,9242				
VF	0,7915	-0,7675	0,7187	0,8492			
VQ	0,4044*	-0,4738*	0,4238*	0,5223*	0,8656		
QV	0,8443	-0,8706	0,8065	0,8802	0,8910	0,7286	
TR	-0,9092	0,8907	-0,7921	-0,8286	-0,6742	-0,3340*	-0,8197

IE – índice de expansão; FC – Força de compressão; IAA – Índice de absorção de água; ISA – Índice de solubilidade em água; VF – Viscosidade a frio; VQ – Viscosidade a quente; QV – Queda de viscosidade; TR – Tendência à retrogradação;

* Valor não apresentou correlação estatisticamente significativa.

Tabela 218 – Coeficientes de correlação de Pearson ($p < 0,10$) entre as variáveis dependentes do delineamento experimental da fração P100

	IE	FC	IAA	ISA	VF	VQ	QV
FC	-0,8805						
IAA	0,9006	-0,7440					
ISA	0,9453	-0,7921	0,9589				
VF	0,9162	-0,7387	0,9323	0,9135			
VQ	0,8503	-0,7067	0,9190	0,8838	0,9743		
QV	0,9385	-0,7934	0,9227	0,9446	0,9691	0,9507	
TR	-0,8463	0,7718	-0,7350	-0,8348	-0,8366	-0,8335	-0,9003

IE – índice de expansão; FC – Força de compressão; IAA – Índice de absorção de água; ISA – Índice de solubilidade em água; VF – Viscosidade a frio; VQ – Viscosidade a quente; QV – Queda de viscosidade; TR – Tendência à retrogradação;

Tabela 219 – Coeficientes de correlação de Pearson ($p < 0,10$) entre as variáveis dependentes do delineamento experimental da fração P200

	IE	FC	IAA	ISA	VF	VQ	QV
FC	-0,7617						
IAA	0,6984	-0,5560*					
ISA	0,9103	-0,6587	0,7094				
VF	0,9044	-0,6864	0,5227*	0,7455			
VQ	0,4908*	-0,2494*	0,3421*	0,2852*	0,7335		
QV	0,9085	-0,6320	0,7844	0,7634	0,7793	0,4681*	
TR	-0,6435	0,4404*	-0,2616*	-0,7376	-0,4136*	0,0570*	-0,4437*

IE – índice de expansão; FC – Força de compressão; IAA – Índice de absorção de água; ISA – Índice de solubilidade em água; VF – Viscosidade a frio; VQ – Viscosidade a quente; QV – Queda de viscosidade; TR – Tendência à retrogradação;

* Valor não apresentou correlação estatisticamente significativa.

Tabela 220 – Coeficientes de correlação de Pearson ($p < 0,10$) entre as variáveis dependentes do delineamento experimental da fração P300

	IE	FC	IAA	ISA	VF	VQ	QV
FC	-0,8337						
IAA	0,4163*	-0,2696*					
ISA	0,9535	-0,7490	0,5760*				
VF	0,5341*	-0,1538*	0,4640*	0,6248			
VQ	-0,6230	0,7408	0,2703*	-0,4897*	0,1782*		
QV	-0,2077*	0,3515*	0,5958*	-0,0407*	0,4958*	0,8626	
TR	-0,7124	0,6425	-0,2255*	-0,7282	-0,4207	0,4765*	0,1236*

IE – índice de expansão; FC – Força de compressão; IAA – Índice de absorção de água; ISA – Índice de solubilidade em água; VF – Viscosidade a frio; VQ – Viscosidade a quente; QV – Queda de viscosidade; TR – Tendência à retrogradação;

* Valor não apresentou correlação estatisticamente significativa.

Tabela 221 – Coeficientes de correlação de Pearson ($p < 0,10$) entre as variáveis dependentes do delineamento experimental da fração P300R

	IE	FC	IAA	ISA	VF	VQ	QV
FC	-0,8487						
IAA	0,9279	-0,7736					
ISA	0,9785	-0,7531	0,9188				
VF	0,8856	-0,7864	0,9206	0,8583			
VQ	0,6732	-0,5652*	0,8258	0,6571	0,9117		
QV	0,8325	-0,6438	0,8824	0,8692	0,8846	0,7762	
TR	-0,8138	0,6935	-0,7372	-0,8482	-0,8067	-0,5687*	-0,8925

IE – índice de expansão; FC – Força de compressão; IAA – Índice de absorção de água; ISA – Índice de solubilidade em água; VF – Viscosidade a frio; VQ – Viscosidade a quente; QV – Queda de viscosidade; TR – Tendência à retrogradação;

* Valor não apresentou correlação estatisticamente significativa.