



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

**OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE EXTRUSÃO DA POLPA DE LARANJA:  
MODIFICAÇÃO DAS PROPRIEDADES FUNCIONAIS E SUA APLICAÇÃO  
COMO FONTE DE FIBRA ALIMENTAR**

*Miguel Angel Larrea Céspedes*

ENGENHEIRO DE ALIMENTOS

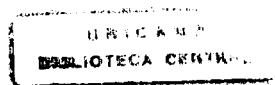
*Prof. Dr. Yoon Kil Chang*

ORIENTADOR

Tese de Doutorado apresentada à Faculdade de Engenharia de Alimentos da Universidade Estadual de Campinas, como parte dos requisitos exigidos para a Obtenção do título de Doutor em Engenharia de Alimentos – Área de Tecnologia de Alimentos

Campinas – São Paulo

1999



UNIDADE	BC
N.º CHAMADA:	
V.	Ex.
TOMEBO FOL.	39839
PROD.	278.00
C.	D
DEPO.	R\$ 11.00
DATA	08/01/00
N.º CPD	

CM-00135768-7

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA  
BIBLIOTECA DA F.E.A. - UNICAMP

L3280	<p>Larrea Céspedes, Miguel Angel Otimização do processo de extrusão da polpa de laranja: modificação das propriedades funcionais e sua aplicação como fonte de fibra alimentar / Miguel Angel Larrea Céspedes. – Campinas, SP: [s.n.], 1999.</p> <p>Orientador: Yoon Kil Chang Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia de Alimentos.</p> <p>1.Processo de extrusão. 2.Pectina. 3.Fibras – Alimentos. 4.Biscoitos. I.Chang, Yoon Kil. II.Universidade Estadual de Campinas.Faculdade de Engenharia de Alimentos. III.Título.</p>
-------	---



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

---

**TESE DE DOUTORADO**

**OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE EXTRUSÃO DA POLPA DE LARANJA:  
MODIFICAÇÃO DAS PROPRIEDADES FUNCIONAIS E SUA APLICAÇÃO  
COMO FONTE DE FIBRA ALIMENTAR**

**PARECER**

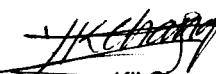
***Miguel Angel Larrea Céspedes***  
ENGENHEIRO DE ALIMENTOS

Este exemplar corresponde à  
redação final da tese defendida por  
Miguel Angel Larrea Céspedes,  
aprovada pela Comissão Julgadora  
em 29 de novembro de 1999.

***Prof. Dr. Yoon Kil Chang***

ORIENTADOR

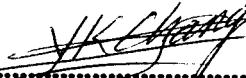
Campinas, 29 de novembro de 1999.

  
**Prof. Dr. Yoon Kil Chang**  
Presidente da Banca

**Campinas – São Paulo**

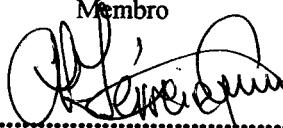
**1999**

## BANCA EXAMINADORA



**Prof. Dr. Yoon Kil Chang**  
Universidade Estadual de Campinas  
Orientador

**Prof. Dr. Ahmed Atia El-Dash**  
Universidade Estadual de Campinas



**Prof. Dr. Carlos Raimundo Grosso**  
Universidade Estadual de Campinas

**Profa. Dra. Maria Victória Eiras Grossmann**  
Universidade Estadual de Londrina

**Prof. Dr. Fernando Martínez Bustos**  
CINVESTAP-IPN de México

**Profa. Dra. Maria Aparecida Pereira Da Silva**  
Universidade Estadual de Campinas

**Prof. Dr. Héctor Eduardo Martínez Flores**  
CICATA-IPN de México

## **DEDICATÓRIA**

À minha querida esposa **Susana**, e aos meus filhos **Ricardo** e **María Victória**.

Aos meus pais, e irmãos por tudo que representam para mim.

## **AGRADECIMENTOS**

- ◆ Ao Prof. Dr. Yoon Kil Chang, cuja orientação, experiência científica e amizade tornaram possível a realização desta pesquisa;
- ◆ À Universidade Estadual Jorge Basadre Grohmann-Tacna-Perú, em especial à Faculdade de Indústrias Alimentícias, que permitiram meu afastamento para realização do curso de pós-graduação;
- ◆ À Universidade Estadual de Campinas – Faculdade de Engenharia de Alimentos, e ao departamento de Tecnologia de Alimentos, pela oportunidade e facilidades oferecidas na execução deste trabalho;
- ◆ Ao programa Internacional de capacitação PEC/PG da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela bolsa de estudos concedida;
- ◆ À Profa. Dra. Maria Victória Eiras Grossmann, da Universidade Estadual de Londrina, pela amizade e valiosas sugestões no decorrer desta pesquisa, apesar da distância;
- ◆ À Profa. Dra. Débora de Queiroz Tavares e Iara Honório, do DEPAN-FEA, por terem dedicado muito tempo à realização da análise microscópica;
- ◆ Ao Prof. Dr. Lisandro Cardoso e Alfredo Fraymann, do Instituto de Física, pela realização da análise de Difratometria de Raios-X e pela amizade;
- ◆ Ao Prof. Dr. Roy Edward Bruns, do Instituto de Química da UNICAMP, e À Profa. Dra. Maria Isabel Rodrigues, do Departamento de Engenharia de Alimentos da FEA, pelo auxílio na parte estatística;
- ◆ A todos os professores e pesquisadores, cuja experiência e colaboração foram preciosos durante o desenvolvimento desta pesquisa, em especial ao Prof. Dr. Ahmed Atia M. El Dash e Prof. Dr. Carlos R. Grossso, pelas sugestões no exame de qualificação. À Profa. Dra. Maria Aparecida Azevedo Pereira da Silva, pela sua colaboração na etapa de avaliação sensorial.
- ◆ Ao Dr. Fernando Martinez Bustos, pesquisador de CINVESTAP-I.P.N. e ao Dr. Hector Martinez Flores pesquisador de CICATA-I.P.N. Queretaro-México, pela valiosa ajuda e amizade no decorrer deste trabalho;
- ◆ Ao Sr. José Cândido pela assistência técnica no preparo dos biscoitos e pelos bons momentos de amizade;
- ◆ Aos Funcionários da FEA-UNICAMP: Ana Koon, Ana Lourdes, Alice, Ana Maria, Marlene, Cosme, Marçal, Henrique, Fátima, Edinho, Sr. Douglas, Susana, Valdeci, Gastão, e ao pessoal da biblioteca da FEA: Marli, Toninho, Geraldo, Creuza, Cláudia e José, pela cordialidade e disposição em ajudar;
- ◆ À Kelly Regina, Maria Carolina, Karla e Adriana, pela colaboração, paciência e amizade durante a fase de trabalho no laboratório de cereais e em especial ao Nilo Marques pela ajuda na etapa de extrusão;
- ◆ Aos amigos que trouxeram alegria e conforto em diversos momentos, em especial: Beth, Jorge Minoru, Leonard, Hélio, Janice, Sandra, Cristina, Cristina Freitas, Cidoca, Manoel, Marcio, Myriam, Tania Mara, José Luís, Nonato, Egito, Martha Miranda, Flávia, Henriette, Ricardo, Ângela e Zé Cardoso;
- ◆ A todos os que motivaram e cooperaram direta ou indiretamente para a realização deste trabalho.

**Muito obrigado.**

# **SUMÁRIO**

<b>LISTA DE FIGURAS.....</b>	<b>vi</b>
<b>LISTA DE TABELAS.....</b>	<b>ix</b>
<b>LISTA DE ANEXOS.....</b>	<b>xii</b>
<b>RESUMO.....</b>	<b>xiv</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>xv</b>
<b>1. INTRODUÇÃO.....</b>	<b>1</b>
<b>2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>3</b>
<b>2.1. A LARANJA.....</b>	<b>3</b>
<b>2.1.1. GENERALIDADES.....</b>	<b>3</b>
<b>2.1.2. RESÍDUOS DO PROCESSAMENTO INDUSTRIAL DA LARANJA.....</b>	<b>4</b>
<b>2.1.2.1. CARACTERIZAÇÃO .....</b>	<b>4</b>
<b>2.1.2.2. COMPOSIÇÃO QUÍMICA E NUTRICIONAL DA POLPA DE LARANJA.....</b>	<b>5</b>
<b>2.1.2.3. COMPOSIÇÃO DA FIBRA DE ALGUMAS PARTES DA LARANJA .....</b>	<b>7</b>
<b>2.1.2.4. OBTENÇÃO DE POLPA DE LARANJA A PARTIR DE VESÍCULAS DE SUCO .....</b>	<b>7</b>
<b>2.1.2.5. APROVEITAMENTO DOS RESÍDUOS DE EXTRAÇÃO DO SUCO DE LARANJA.....</b>	<b>8</b>
<b>2.2. FIBRAS NA ALIMENTAÇÃO HUMANA .....</b>	<b>9</b>
<b>2.2.1. PRINCIPAIS CONSTITUINTES DAS FIBRAS ALIMENTARES.....</b>	<b>9</b>
<b>2.2.1.1. CELULOSE .....</b>	<b>10</b>
<b>2.2.1.2. HEMICELULOSES .....</b>	<b>10</b>
<b>2.2.1.2.1. Xilanias.....</b>	<b>11</b>
<b>2.2.1.2.2. Arabinoxilanias.....</b>	<b>11</b>
<b>2.2.1.2.3. Mananas .....</b>	<b>11</b>
<b>2.2.1.2.4. Glucomanananas .....</b>	<b>11</b>
<b>2.2.1.2.5. Xiloglucanas .....</b>	<b>12</b>
<b>2.2.1.2.6. Glucuromanananas .....</b>	<b>12</b>
<b>2.2.1.2.7. Arabinogalactanas II.....</b>	<b>12</b>
<b>2.2.1.2.8. <math>\beta</math>-1,3 Glucana .....</b>	<b>12</b>

2.2.1.2.9. $\beta$ -1,3 - $\beta$ -1,4 Glucana .....	13
2.2.1.3. SUBSTÂNCIAS PÉCTICAS .....	13
2.2.1.3.1. <i>Rhamnogalacturonana</i> .....	13
2.2.1.3.2. <i>Arabinana</i> .....	14
2.2.1.3.3. <i>Galactana</i> .....	14
2.2.1.3.4. <i>Arabinogalactana</i> .....	14
2.2.1.3.5. <i>D-Galacturonana</i> .....	14
2.2.1.4. LIGNINA .....	15
2.2.2. IMPORTÂNCIA DAS FIBRAS ALIMENTARES .....	16
2.2.3. EFEITOS DA SUPLEMENTAÇÃO COM FIBRAS SOBRE A QUALIDADE DOS PRODUTOS ALIMENTÍCIOS .....	19
2.2.4. MODIFICAÇÃO DE FIBRAS ALIMENTARES POR EXTRUSÃO .....	24
<b>3. MATERIAL E MÉTODOS.....</b>	<b>27</b>
3.1. MATERIAL .....	27
3.1.1. MATÉRIA PRIMA .....	27
3.1.1.1. POLPA DE LARANJA .....	27
3.1.1.2. FARINHA DE TRIGO .....	27
3.1.2. REAGENTES .....	27
3.1.3. EQUIPAMENTOS .....	27
3.2. MÉTODOS .....	29
3.2.1 PROCESSAMENTO DE EXTRUSÃO PARA MODIFICAÇÃO DE FIBRA DA POLPA DE LARANJA .....	29
3.2.1.1. EQUIPAMENTO .....	29
3.2.1.2. CONDICIONAMENTO DAS AMOSTRAS .....	29
3.2.1.3. PROCESSAMENTO .....	30
3.2.1.4. DELINEAMENTO EXPERIMENTAL PARA EXTRUSÃO .....	31
3.2.1.5. OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE EXTRUSÃO .....	33
3.2.1.5.1. OTIMIZAÇÃO DA RESPOSTA GLOBAL DURANTE O PROCESSO DE EXTRUSÃO, EM FUNÇÃO DAS RESPOSTAS OBSERVADAS (ROG) .....	33
3.2.1.5.2. OTIMIZAÇÃO DA RESPOSTA NO PROCESSO DE EXTRUSÃO EM FUNÇÃO DO USO NA ELABORAÇÃO DE BISCOITOS "COOKIES" (ROB) .....	33

<b>3.2.2. FORMULAÇÃO DE BISCOITOS TIPO “COOKIES” COM ADIÇÃO DE FIBRA DE POLPA DE LARANJA MODIFICADA POR EXTRUSÃO .....</b>	<b>34</b>
<b>3.2.2.1. ELABORAÇÃO DOS BISCOITOS .....</b>	<b>34</b>
<b>3.2.2.3. DETERMINAÇÕES ANALÍTICAS.....</b>	<b>35</b>
<b>3.2.2.3.1. DETERMINAÇÕES ANALÍTICAS DA FARINHA DE TRIGO E POLPA DE LARANJA.....</b>	<b>35</b>
<b>3.2.2.3.1.1. Umidade .....</b>	<b>35</b>
<b>3.2.2.3.1.2. Proteínas .....</b>	<b>35</b>
<b>3.2.2.3.1.3. Lipídios.....</b>	<b>36</b>
<b>3.2.2.3.1.4. Cinzas.....</b>	<b>36</b>
<b>3.2.2.3.1.5. Fibra solúvel e insolúvel.....</b>	<b>36</b>
<b>3.2.2.3.1.6. Fibra alimentar total .....</b>	<b>36</b>
<b>3.2.2.3.1.7. Granulometria.....</b>	<b>36</b>
<b>3.2.2.3.1.8. Diâmetro médio de partícula .....</b>	<b>37</b>
<b>3.2.2.3.2. DETERMINAÇÕES ANALÍTICAS DA POLPA DE LARANJA SEM EXTRUSAR .....</b>	<b>37</b>
<b>3.2.2.3.2.1. Celulose, hemicelulose e lignina .....</b>	<b>37</b>
<b>3.2.2.3.2.2 .Pectina total e pectina solúvel.....</b>	<b>37</b>
<b>3.2.2.3.2.3. Açúcares totais.....</b>	<b>37</b>
<b>3.2.2.3.2.4. Microscopia ótica.....</b>	<b>38</b>
<b>3.2.2.3.2.5. Microscopia eletrônica de varredura .....</b>	<b>38</b>
<b>3.2.2.3.2.5. . Difratometria de raios X.....</b>	<b>38</b>
<b>3.2.2.3.3. DIGESTIBILIDADE DO AMIDO "IN VITRO" .....</b>	<b>39</b>
<b>3.2.2.3.4. ÍNDICE DE RETARDAMENTO NA DIFUSÃO DA GLICOSE.....</b>	<b>39</b>
<b>3.2.2.3.5. DETERMINAÇÃO DA MASSA MOLECULAR MÉDIA (MM) .....</b>	<b>40</b>
<b>3.2.2.3.6. PROPRIEDADES FÍSICAS DA POLPA DE LARANJA SEM EXTRUSAR E POLPA EXTRUSADA.....</b>	<b>41</b>
<b>3.2.2.3.6.1. Densidade aparente (D.ap.) .....</b>	<b>41</b>
<b>3.2.2.3.6.2. Índices de absorção de água (IAA) e de Solubilidade em água (ISA). .....</b>	<b>41</b>
<b>3.2.2.3.6.3. Índice de absorção de óleo (IAO).....</b>	<b>41</b>
<b>3.2.2.3.6.4. Volume de intumescimento (VI).....</b>	<b>42</b>
<b>3.2.2.3.6.5. Viscosidade aparente (V. Ap.) .....</b>	<b>42</b>
<b>3.2.2.3.6.6. Cor .....</b>	<b>42</b>

<b>3.2.3.7. DETERMINAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DOS BISCOITOS.....</b>	<b>43</b>
<b>3.2.3.7.1. <i>Expansão (d/e)</i> .....</b>	<b>43</b>
<b>3.2.3.7.2. <i>Volume específico</i>.....</b>	<b>43</b>
<b>3.2.3.7.3. <i>Gradiente de umidade do biscoito</i> .....</b>	<b>43</b>
<b>3.2.3.7.4. <i>Dureza</i> .....</b>	<b>44</b>
<b>3.2.3.8. MÉTODOS ESTATÍSTICOS .....</b>	<b>44</b>
<b>3.2.3.8.1. <i>Análise de superfície de resposta</i> .....</b>	<b>44</b>
<b>3.2.3.8.2. <i>análise sensorial (Prova de Aceitação)</i>.....</b>	<b>45</b>
<b>4. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>46</b>
<b>4.1. COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA POLPA DE LARANJA .....</b>	<b>46</b>
<b>4.2. COMPOSIÇÃO DA FIBRA ALIMENTAR DA POLPA DE LARANJA .....</b>	<b>47</b>
<b>4.3. GRANULOMETRIA DA POLPA DE LARANJA.....</b>	<b>48</b>
<b>4.4. PROCESSAMENTO DE EXTRUSÃO DA POLPA DE LARANJA.....</b>	<b>49</b>
<b>4.4.1. EFEITO DAS VARIÁVEIS DE EXTRUSÃO NA COMPOSIÇÃO DA FIBRA ALIMENTAR E CONTEÚDOS DE PECTINA DA POLPA DE LARANJA .....</b>	<b>49</b>
<b>4.4.1.1. FIBRA ALIMENTAR INSOLÚVEL (FAI) E FIBRA ALIMENTAR SOLÚVEL (FAS).....</b>	<b>49</b>
<b>4.4.1.2. FIBRA ALIMENTAR TOTAL (FAT) .....</b>	<b>56</b>
<b>4.4.1.3. PECTINA TOTAL (PT) E PECTINA SOLÚVEL (PS).....</b>	<b>58</b>
<b>4.4.2. EFEITO DAS VARIÁVEIS DE EXTRUSÃO NAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DA POLPA DE LARANJA.....</b>	<b>62</b>
<b>4.4.2.1. DENSIDADE APARENTE (D.Ap.).....</b>	<b>64</b>
<b>4.4.2.2. ÍNDICES DE ABSORÇÃO DE ÁGUA (IAA) E DE SOLUBILIDADE EM ÁGUA (ISA) .....</b>	<b>66</b>
<b>4.4.2.3. VOLUME DE INTUMESCIMENTO (VI).....</b>	<b>70</b>
<b>4.4.2.4. INDICE DE ABSORÇÃO DE ÓLEO (IAO) .....</b>	<b>72</b>
<b>4.4.2.5. VISCOSIDADE APARENTE (V Ap.) .....</b>	<b>75</b>
<b>4.4.3. EFEITO DAS VARIÁVEIS DE EXTRUSÃO NAS CARACTERÍSTICAS DA COR DA POLPA DE LARANJA.....</b>	<b>78</b>
<b>4.4.3.1. CARACTERÍSTICAS DE COR DA POLPA DE LARANJA (<math>L^*</math>, <math>a^*</math>, <math>b^*</math> e <math>\Delta E^*</math>) .....</b>	<b>78</b>
<b>4.4.4. EFEITO DAS VARIÁVEIS NA OTIMIZAÇÃO DOS PROCESSOS DE EXTRUSÃO DA POLPA DE LARANJA EM FUNÇÃO DA RESPOSTA GLOBAL OBSERVADA (RGO) E DE USO NA</b>	

<i>ELABORAÇÃO DE BISCOITOS TIPO ‘COOKIES’(ROB) .....</i>	85
<i>4.5. COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA POLPA DE LARANJA EXTRUSADA .....</i>	89
<i>4.6. COMPOSIÇÃO DA FIBRA ALIMENTAR DA POLPA DE LARANJA EXTRUSADA.....</i>	90
<i>4.7. GRANULOMETRIA DA POLPA DE LARANJA EXTRUSADA.....</i>	91
<i>4.8. EFEITO DO PROCESSO DE EXTRUSÃO NA ESTRUTURA MOLECULAR DA PECTINA DE POLPA DE LARANJA.....</i>	92
<i>4.9. EFEITO DA FIBRA DE POLPA DE LARANJA NA VELOCIDADE DE DIFUSÃO DA GLICOSE .....</i>	94
<i>4.10. EFEITO DA POLPA DE LARANJA NA VELOCIDADE DE HIDRÓLISE ENZIMATICA DO AMIDO .....</i>	96
<i>4.11. MICROSCOPIA ELETRÔNICA .....</i>	99
<i>4.11.1. Microscopia ótica .....</i>	99
<i>4.11.2. Microscopia Eletrônica de Varredura .....</i>	100
<i>4.12. DIFRATOMETRIA DE RAIOS X.....</i>	105
<i>4.13. APLICAÇÃO DA POLPA DE LARANJA EXTRUSADA NA ELABORAÇÃO DE BISCOITOS TIPO “COKIES” COM ALTO TEOR DE FIBRA ALIMENTAR .....</i>	109
<i>4.13.1. COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DA FARINHA DE TRIGO E DA POLPA DE LARANJA OTIMIZADA PARA ELABORAÇÃO DE BISCOITOS (ROB).....</i>	109
<i>4.13.2. GRANULOMETRIA DA FARINHA, AMIDO, POLPA DE LARANJA EXTRUSADA E AÇÚCAR; UTILIZADOS NA ELABORAÇÃO DE BISCOITOS “COOKIES” .....</i>	110
<i>4.13.3. CARACTERISTICAS DE MISTURA DA MASSA.....</i>	112
<i>4.13.4. AVALIAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS DOS BISCOITOS.....</i>	113
<i>4.13.4.1. CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DOS BISCOITOS “COOKIES” SUPLEMENTADOS COM POLPA DE LARANJA EXTRUSADA .....</i>	114
<i>4.13.4.2. ACEITAÇÃO DOS BISCOITOS TIPO “COOKIES” SUPLEMENTADOS COM DIFERENTES PORCENTAGENS DE POLPA DE LARANJA EXTRUSADA.....</i>	119
<i>4.13.4.3. CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E NUTRICIONAL DOS BISCOITOS TIPO “COOKIES”COM ALTO TEOR DE FIBRA ALIMENTAR .....</i>	123
<i>5. CONCLUSÕES .....</i>	125
<i>6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</i>	128
<i>ANEXOS.....</i>	144

## **LISTA DE FIGURAS**

<b>FIGURA 1.</b> Seção transversal de uma laranja.....	5
<b>FIGURA 2A.</b> Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima no conteúdo de fibra alimentar insolúvel (FAI) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 194 rpm).....	53
<b>FIGURA 2B.</b> Efeito da temperatura de extrusão e velocidade de rotação da rosca no conteúdo de fibra alimentar insolúvel (FAI) da polpa de laranja (com umidade de 30%).....	54
<b>FIGURA 2C.</b> Efeito da umidade da matéria-prima e velocidade de rotação da rosca no conteúdo de Fibra alimentar insolúvel (FAI) da polpa de laranja (com temperatura de 125 °C).....	54
<b>FIGURA 3.</b> Efeito da temperatura de extrusão e velocidade de rotação da rosca no conteúdo de Fibra alimentar solúvel (FAS) da polpa de laranja (com umidade de 30%) .....	56
<b>FIGURA 4.</b> Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima no conteúdo de fibra alimentar total (FAT) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 140 rpm).....	58
<b>FIGURA 5.</b> Efeito da umidade da matéria-prima e velocidade de rotação da rosca no conteúdo de pectina total (PT) da polpa de laranja (com temperatura de 125 °C) .....	60
<b>FIGURA 6.</b> Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima no conteúdo de pectina solúvel (PS) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 160 rpm).....	61
<b>FIGURA 7.</b> Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima sobre a densidade aparente (D. Ap.) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 160 rpm).....	65
<b>FIGURA 8.</b> Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima no índice de absorção de água (IAA) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 160 rpm) .....	67
<b>FIGURA 9.</b> Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima no índice de solubilidade em água (ISA) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 140 rpm).69	

<b>FIGURA 10.</b> Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima no volume de intumescimento (VI) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 160 rpm). ....	72
<b>FIGURA 11A.</b> Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima no índice de absorção de óleo (IAO) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 126 rpm).....	74
<b>FIGURA 11B.</b> Efeito da temperatura de extrusão e velocidade de rotação da rosca no índice de absorção de óleo (IAO) da polpa de laranja (com umidade de 22%) .....	75
<b>FIGURA 12.</b> Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima sobre a Viscosidade aparente (V. Ap.) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 160 rpm).....	77
<b>FIGURA 13.</b> Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima sobre a luminosidade (L*) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 160 rpm).....	83
<b>FIGURA 14.</b> Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima na coordenada de cromaticidade (a*) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 160 rpm).....	83
<b>FIGURA 15.</b> Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima na coordenada de cromaticidade (b*) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 160 rpm).....	84
<b>FIGURA 16.</b> Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima na diferença de cor ( $\Delta E^*$ ) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 160 rpm).....	84
<b>FIGURA 17.</b> Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima na otimização da resposta global em função dos resultados observados (RGO) (com velocidade de rotação de 126 rpm).....	88
<b>FIGURA 18.</b> Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima na otimização da resposta para elaboração de biscoitos (ROB) (com velocidade de rotação de 126 rpm).....	88
<b>FIGURA 19.</b> Cinética enzimática do amido de batata “in vitro”.....	97
<b>FIGURA 20.</b> Micrografias óticas da polpa de laranja corada com safranina.....	101
<b>FIGURA 21.</b> Micrografias óticas da polpa de laranja corada com azul de toluiduina.....	102

<b>FIGURA 22.</b> Micrografias óticas da polpa de laranja corada com lugol.....	103
<b>FIGURA 23.</b> Micrografias eletrônicas de varredura da polpa de laranja.....	104
<b>FIGURA.24</b> Difratograma de raios-X de sólidos insolúveis em álcool obtidas a partir da polpa de laranja.....	106
<b>FIGURA.25</b> Difratograma de raios-X de fibra detergente neutra da polpa de laranja.....	107
<b>FIGURA.26</b> Difratogramas de Raios-X de pectinas obtidas da polpa de laranja.....	108
<b>FIGURA 27.</b> Biscoitos produzidos com diferentes teores de polpa de laranja extrusada a 140°C, 22% de Umidade e 126 rpm.....	114
<b>FIGURA 28.</b> Histograma de freqüência dos dados de aceitação em função da aparência dos biscoitos tipo “cookies” elaborados com diferentes porcentagens da fibra de polpa de laranja extrusada.....	120
<b>FIGURA 29.</b> Histograma de freqüência dos dados de aceitação em função do sabor dos biscoitos tipo “cookies” elaborados com diferentes porcentagens da fibra de polpa de laranja extrusada.....	120
<b>FIGURA 30.</b> Histograma de freqüência dos dados de aceitação em função da textura dos biscoitos tipo “cookies” elaborados com diferentes porcentagens da fibra de polpa de laranja extrusada.....	121
<b>FIGURA 31.</b> Histograma de freqüência dos dados de aceitação em função da aceitação global dos biscoitos tipo “cookies” elaborados com diferentes porcentagens da fibra de polpa de laranja extrusada.....	121

## **LISTA DE TABELAS**

<b>TABELA 1.</b> Composição centesimal da polpa de laranja “Valência” seca pelo processo Drum Dryer .....	6
<b>TABELA 2.</b> Composição de vitaminas e minerais da polpa de laranja “Valência” seca pelo processo Drum Dryer.....	6
<b>TABELA 3.</b> Fração de fibra alimentar em alguns componentes da laranja “pineapple” .....	7
<b>TABELA 4.</b> Níveis das variáveis independentes a serem estudadas no processo de extrusão ....	32
<b>TABELA 5.</b> Delineamento experimental central rotacional composto para três variáveis e cinco níveis utilizado no processo de extrusão.....	32
<b>TABELA 6.</b> Elaboração de biscoitos tipo “cookies” com adição de diferentes porcentagens de polpa de laranja extrusada.....	35
<b>TABELA 7.</b> Composição química da polpa de laranja.....	46
<b>TABELA 8.</b> Composição da fibra da polpa de laranja.....	47
<b>TABELA 9.</b> Distribuição porcentual do tamanho de partículas da polpa de laranja.....	48
<b>TABELA 10.</b> Efeito das condições de extrusão nos conteúdos de fibra alimentar e pectina da polpa de laranja.....	50
<b>TABELA 11.</b> Modelos de regressão ajustados e significância das variáveis independentes nos conteúdos de fibra alimentar e pectina da polpa de laranja. ....	51
<b>TABELA 12.</b> Efeito das condições de extrusão nas propriedades físico-químicas da polpa de laranja.....	62
<b>TABELA 13.</b> Modelos de regressão ajustados e significância das variáveis independentes nas propriedades físico químicas da polpa de laranja. ....	63

<b>TABELA 14.</b> Efeito das condições de extrusão sobre os parâmetros da cor da polpa de laranja .....	79
<b>TABELA 15.</b> Modelos de regressão ajustados e significância das variáveis independentes sobre os parâmetros da cor da polpa de laranja.....	80
<b>TABELA 16.</b> Efeito das condições de extrusão sobre a otimização da resposta global e na otimização do processo para elaboração de biscoitos tipo “cookies” .....	85
<b>TABELA 17.</b> Modelos de regressão ajustados e significância das variáveis independentes sobre a otimização da resposta global e na otimização do processo para elaboração de biscoitos tipo “cookies”.....	86
<b>TABELA 18.</b> Composição química da polpa de laranja extrusada.....	89
<b>TABELA 19.</b> Composição da fibra da polpa de laranja extrusada.....	90
<b>TABELA 20.</b> Distribuição porcentual dos tamanhos de partícula da polpa de laranja extrusada .....	91
<b>TABELA 21.</b> Massas moleculares de pectinas isoladas após processo de extrusão.....	92
<b>TABELA 22.</b> Efeito da fibra de polpa de laranja na velocidade de difusão da glicose .....	94
<b>TABELA 23.</b> Efeito da polpa de laranja na velocidade de hidrólise do amido.....	96
<b>TABELA 24.</b> Análise de variância correspondente à hidrólise do amido em presença de fibra de polpa de laranja.....	96
<b>TABELA 25.</b> Características das curvas de hidrólise enzimática do amido em presença de fibra de polpa de laranja.....	97
<b>TABELA 26.</b> Composição química da farinha de trigo “Santista” e da polpa de laranja extrusada .....	109

<b>TABELA 27. Material retido, módulo de firura e diâmetro médio de partículas de: farinha, amido, açúcar e polpa de laranja extrusada utilizadas na elaboração de biscoitos “cookies”.....</b>	<b>110</b>
<b>TABELA 28. Efeito da suplementação com polpa de laranja extrusada nas características de mistura da massa, no farinógrafo.....</b>	<b>112</b>
<b>TABELA 29. Médias das características físicas dos biscoitos tipo “cookies” suplementados com diferentes porcentagens de polpa de laranja extrusada .....</b>	<b>113</b>
<b>TABELA 30. Médias dos scores de aceitação dos biscoitos tipo “cookies” com relação à aparência, sabor, textura e aceitação global.....</b>	<b>119</b>
<b>TABELA 31. Composição química e nutricional dos biscoitos tipo “cookies” com alto teor de fibra alimentar.....</b>	<b>123</b>

## **LISTA DE ANEXOS**

<i>ANEXO 1. Modelo de regressão, análises de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados experimentais de Fibra Alimentar Insolúvel (FAI).....</i>	145
<i>ANEXO 2. Modelo de regressão, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados experimentais de Fibra Alimentar Solúvel (FAS).....</i>	146
<i>ANEXO 3. Modelo de regressão, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados experimentais de Fibra Alimentar Total (FaT).....</i>	147
<i>ANEXO 4. Modelo de regressão, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados experimentais de Pectina Total (PT).....</i>	148
<i>ANEXO 5. Modelo de regressão, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados experimentais de Pectina Solúvel (PS).....</i>	149
<i>ANEXO 6. Modelo de regressão, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados de Densidade Aparente (D.Ap) .....</i>	150
<i>ANEXO 7. Modelo de regressão, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados de Índice de Absorção de Água (IAA) .....</i>	151
<i>ANEXO 8. Modelo de regressão, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados de Índice de Solubilidade em Água (ISA).....</i>	152
<i>ANEXO 9. Modelo de regressão, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados de Volume de Intumescimento (VI).....</i>	153
<i>ANEXO 10. Modelo de regressão, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados de Índice de Absorção de Óleo (IAO) .....</i>	154
<i>ANEXO 11. Modelo de regressão, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados de Viscosidade Aparente (V.Ap) .....</i>	155

<i>ANEXO 12. Modelo de regressão, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados experimentais de Cor, Luminosidade (<math>L^*</math>) .....</i>	156
<i>ANEXO 13. Modelo de regressão, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados experimentais de Cor, Componente (<math>a^*</math>) .....</i>	157
<i>ANEXO 14. Modelo de regressão, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados experimentais de Cor, Componente (<math>b^*</math>) .....</i>	158
<i>ANEXO 15. Modelo de regressão, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados experimentais de Diferença de cor (<math>\Delta E^*</math>).....</i>	159
<i>ANEXO 16. Modelo de regressão, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados da Resposta Global Otimizada (RGO) .....</i>	160
<i>ANEXO 17. Modelo de regressão, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados da Resposta Otimizada para Elaboração de Biscoitos (ROB) .....</i>	161
<i>ANEXO 18. Ficha de Avaliação Sensorial ( Teste de Aceitação ) .....</i>	162
<i>ANEXO 19. Efeito da polpa de laranja na velocidade de hidrólise do amido logo após os primeiros 10 minutos.....</i>	163
<i>ANEXO 20. Análise de variância correspondente à hidrólise do amido em presença de fibra de polpa de laranja logo após os primeiros 10 minutos.....</i>	163
<i>ANEXO 21. Teste de médias de Tukey, mostra o nível de significância na velocidade de hidrólise do amido em presença de fibra de polpa de laranja logo após os primeiros 10 minutos..</i>	163

# OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE EXTRUSÃO DA POLPA DE LARANJA: MODIFICAÇÃO DAS PROPRIEDADES FUNCIONAIS E SUA APLICAÇÃO COMO FONTE DE FIBRA ALIMENTAR

Autor: Miguel Angel Larrea Céspedes

Orientador: Prof. Dr. Yoon Kil Chang

## RESUMO

Polpa de laranja foi extrusada, com extrusor Brabender (mono rosca): 20:1 (L/D), visando modificar as propriedades funcionais e estruturais da fibra. Foi empregada a metodologia de superfície de resposta (MSR), de acordo com o delineamento central rotacional composto ( $5^3$ ), para otimizar o processo. As variáveis independentes estudadas foram: temperatura (83, 100, 125, 150, 167°C); umidade (22, 25, 30, 35, 38%) e velocidade de rotação da rosca (126, 140, 160, 180, 194 rpm). A velocidade de alimentação foi mantida constante (70 g/min). Em todos os casos, a taxa de compressão foi de 3:1, e o diâmetro da matriz, 4mm. As melhores condições operacionais da resposta global otimizada em função das propriedades funcionais foram: 145°C, 22% de umidade e 126 rpm, permitindo diminuir o conteúdo de fibra alimentar insolúvel em 39,06% e aumentar os teores de fibra alimentar solúvel em valores superiores a 80%. Foram ainda observados incrementos para as seguintes variáveis dependentes: índice de absorção de água (34,86%); índice de solubilidade em água (134%); volume de intumescimento (43,75%); viscosidade aparente (392,10%); pectina total (13%) e pectina solúvel (709,66%). As modificações estruturais foram avaliadas por determinação de massa molecular, microscopia eletrônica e difratometria de raios X. As determinações de massa molecular de pectinas provenientes de amostras extrusadas mostraram uma marcada diminuição quando comparadas com as da pectina provenientes de amostras não extrusadas. As micrografias eletrônicas permitiram estimar a diferença de resistência das paredes dos gomos em relação às vesículas de suco; demonstraram ainda que a maior parte da porosidade e da estrutura celular do endocarpo foi mantida. A difratometria de raios X indicou que o processo de extrusão promoveu a formação de pequenas áreas cristalinas na direção angular  $2\theta = 14,5^\circ$  nas diferentes amostras, mas não afetou a cristalinidade da celulose original em termos de diminuir o tamanho das regiões cristalinas na direção  $2\theta = 22,5^\circ$ . As velocidades de hidrólise do amido realizado *in vitro* e de difusão da glicose conduzida através de processo de diálise foram retardadas na presença de fibra da polpa de laranja. As condições mais adequadas para otimização do processo de extrusão em função do uso da polpa de laranja como substituto da farinha de trigo para elaboração de biscoitos foram estabelecidas em: 140°C, 22% de umidade e 126 rpm. O estudo mostrou que é possível obter biscoitos tipo "cookies" de boa qualidade tecnológica e bom nível de aceitação, por substituição de até o limite de 15% de farinha de trigo por polpa de laranja extrusada.

**Palavras-chave:** extrusão; pectina; polpa de laranja; fibra alimentar; biscoitos.

# **OPTIMIZATION OF THE EXTRUSION PROCESS FOR ORANGE PULP: MODIFICATION OF THE FUNCTIONAL PROPERTIES AND ITS APPLICATION AS A SOURCE OF FOOD FIBER**

**Author:** Miguel Angel Larrea Céspedes  
**Supervisor:** Prof. Dr. Yoon Kil Chang

## ***ABSTRACT***

Orange pulp was extruded using a single screw extruder (Brabender 1014/2) with the objective of modifying the functional and structural properties of the fiber. The screw compression ratio was 3:1, with an extruder barrel of 380 mm in length and 19 mm of diameter, and a die of 4 mm diameter. Response Surface Methodology (RSM) was chosen to build up some mathematical models, using a central composite rotational design ( $5^3$ ) to optimize the variables of the extrusion process. The independent variables evaluated were: barrel temperature (83, 100, 125, 150, 167°C); feed moisture (22, 25, 30, 35, 38%) and screw speed (126, 140, 160, 180, 194rpm). The feed rate was maintained constant at 70 g/min (dry matter). The best operational conditions in function of the optimized global response were: 145°C, 22% feed moisture and 126 rpm screw speed. These conditions allowed for the reduction in insoluble dietary fiber by 39.06% and increase in soluble dietary fiber by 80%. The water absorption index (35.86%), water solubility index (134%), swollen volume (43.75%) apparent viscosity (392.10%), total pectin (13%), and soluble pectin (709.66%) were increase in relation to the raw pulp orange. The structural modifications of the pectin showed a great reduction in molecular mass when compared with the pectin from the raw pulp orange. The electron micrographs allowed for the estimation of the difference of resistance between the walls of the buds in relation to the juice vesicles. Thus, it was demonstrated that most of the porosity and the cellular structure of the endocarp remained unaltered. Diffractograms of the samples analyzed, indicated that the extrusion process lead to the formation of small areas of crystallinity in the angular region of  $2\theta=14.5^\circ$ , and these extrusion conditions did not affect the crystallinity of the raw cellulose, maintaining the size of the crystalline regions in the angular region of  $2\theta=22.5^\circ$ . Starch hydrolysis "In Vitro" and diffusion of glucose performed using dialysis were delayed when using extruded fiber orange pulp. The optimized parameters of the extrusion process for production orange pulp as a substitute for wheat flour for biscuit making were found at 140°C extrusion temperature, 22% feed moisture and 126 rpm screw speed. The results showed the possibility of preparing cookies of acceptable quality and good level of acceptance when substituting up to 15% of wheat flour by extruded orange pulp.

**Key words:** extrusion, pectin, orange pulp, dietary fiber, biscuits.

## **1. INTRODUÇÃO**

O efeito das fibras na alimentação humana recebeu atenção dos nutricionistas e cientistas de alimentos, a partir dos últimos 30 anos, quando estudos epidemiológicos indicaram a relação entre muitas doenças comuns, como: câncer do colôn, diabetes, hipercolesterolemia, arteriosclerose, diverticulite, constipação intestinal, hipertensão, obesidade e cálculos biliares, com a falta destes constituintes na dieta (BURKIT & TROWEL, 1975).

Posteriormente, numerosos subprodutos agroindustriais foram introduzidos como ingredientes de alimentos, especialmente em produtos de panificação. Assim, alguns pesquisadores relataram a utilização de fibras de palha de trigo e cascas de aveia, em substituição parcial à farinha de trigo, na elaboração de pães, bolos e biscoitos (SHAFER & ZABIK, 1978; DOUGHERTY *et al.*, 1988; GOULD *et al.*, 1989). A adição deste tipo de fibras aos produtos de panificação, porém, tende a afetar negativamente as características tecnológicas e sensoriais, principalmente quando empregadas em níveis elevados (ZABIK *et al.*, 1977; GOULD *et al.*, 1989).

Outros pesquisadores indicaram que é possível incorporar aos produtos de panificação fibras provenientes de frutas e vegetais, além das relatadas anteriormente. Principalmente por serem ricas em fibras solúveis, elas têm influência benéfica sobre a digestão intestinal, devido a seu elevado teor de pectina (POMERANZ, 1985; SOMOGYL, 1987).

Os efeitos negativos ocasionados pela adição de fibras dos produtos vegetais podem ser minimizadas com aplicação de tratamentos termomecânicos prévios, como a extrusão, que modifica as propriedades funcionais, permitindo uma maior absorção de água e maior volume de intumescimento, melhorando, consequentemente, as características tecnológicas e sensoriais (ARTZ *et al.*, 1990).

Entre os numerosos subprodutos agroindustriais que apresentam interesse para aproveitamento industrial no mundo inteiro, encontram-se os subprodutos da indústria processadora de laranjas, que tem demonstrado interesse no aproveitamento das cascas e de outros componentes residuais provenientes da extração do suco, normalmente destinada à ração animal. Quando estes produtos não são utilizados visando seu aproveitamento industrial, geralmente são

descartados sem critério, criando um problema de poluição ambiental (KESTERSON & BRADDOCK, 1973).

Pesquisas têm explorado a possibilidade de utilizar esses subprodutos como fonte de fibra alimentar. Foi observado que farinha mista, elaborada com polpa de laranja e grapefruit, retardou a oxidação de lipídios e incrementou o conteúdo de fibra alimentar em produtos de panificação (BELSHAW, 1978; FOX, 1980).

A grande concentração da produção de laranjas está localizada no Brasil, que responde aproximadamente por 50% das laranjas processadas no mundo, seguido pelos Estados Unidos, com 30%. No Estado de São Paulo, processa-se cerca de 80% da produção brasileira de laranjas, sendo que mais de 90% dos produtos da industrialização são exportados, colocando a indústria cítrica em uma posição de destaque na economia do país (STROHL, 1981).

As possibilidades de aproveitamento dos subprodutos da extração de suco de laranja como ingredientes na elaboração de produtos alimentícios, após secagem, podem representar substancial melhora na rentabilidade das indústrias cítricas através de usos mais diversificados, além de contribuir para a diminuição dos problemas relacionados à poluição ambiental (AGUIRRE & TRAVAGLINI, 1987).

A literatura referente à utilização da fibra de polpa de laranja modificada através de procedimentos termomecânicos é escassa, e existem poucas pesquisas relacionadas com a aplicação de processos de extrusão. Assim, os objetivos principais desta pesquisa foram:

- ◆ Avaliar os efeitos das variáveis temperatura, umidade e velocidade de rotação da rosca do extrusor (mono rosca) sobre as propriedades funcionais e modificações estruturais da fibra de polpa de laranja;
- ◆ Estudar os efeitos da adição de fibra da polpa de laranja não extrusada e polpa de laranja extrusada sobre a hidrólise enzimática do amido de batata, mediante provas *in vitro*, e sobre a velocidade de difusão da glicose através de processos de diálise;
- ◆ Investigar os efeitos da adição de fibra de polpa de laranja extrusada sobre as características tecnológicas e sensoriais de biscoitos tipo “cookies”.

## **2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **2.1. A LARANJA**

#### **2.1.1. GENERALIDADES**

A laranja é originária do Himalaia, região compreendida entre o Nordeste da Índia e Sudoeste da China. As primeiras referências escritas sobre laranjas apareceram em caracteres Chineses no ano 2200 a.C. Pouco se conhece sobre como esta fruta se espalhou pelo mundo. Na Idade Média, provavelmente, chegou à região Mediterrânea e sul da Europa, de onde foi levada para o continente Americano pelos europeus, e cultivada na América Central (CHEN *et al.*, 1992).

No Brasil, a cultura de laranja foi introduzida no século XVI, provavelmente na Bahia, pelas primeiras expedições colonizadoras, e espalhou-se pelo litoral de norte a sul. No centro-sul, devido ao estabelecimento de grandes grupos populacionais, como Rio de Janeiro e São Paulo, que garantiam o consumo da fruta, a cultura de cítricos encontrou seu maior centro de desenvolvimento (MOREIRA & MOREIRA, 1991).

Devido à maior susceptibilidade da laranja a temperaturas inferiores a 3°C, é nas regiões subtropicais que esta cultura encontra as condições mais adequadas à produção de frutas de melhor qualidade, principalmente quanto às suas propriedades sensoriais, como: cor, sabor e aroma (VIEGAS & GUIMARÃES, 1992).

O Brasil responde aproximadamente por 50% das laranjas processadas no mundo inteiro, seguido pelos Estados Unidos com 30%. O restante (20%) é fornecido por outros países, como China, Espanha, México, Itália e Japão (STROHL, 1981).

Nos estados Unidos, de uma maneira geral, a produção de laranjas se concentra nos Estados da Flórida (72%), Califórnia (20%), Texas (4%) e Arizona (3%). Deve-se destacar que mais de 50% do total produzido nos estados de Califórnia, Texas e Arizona é destinado ao mercado de frutas frescas, enquanto que na Flórida, este número chega apenas a 5,8% sendo quase a totalidade da produção destinada ao processamento de suco (HEARN, 1986; BROWN *et al.*, 1992).

O desenvolvimento da tecnologia de extração para obtenção de suco de laranja concentrado, na década de 40, foi o mais importante passo no crescimento da indústria do processamento de laranja. Desde a primeira negociação de suco concentrado, em 1945, as vendas tiveram um rápido crescimento no volume, excedendo todos os outros produtos cítricos (MacDOWELL *et al.*, 1948).

Devido às constantes geadas na Flórida, região onde se produzia a laranja para industrialização, no ano de 1963 foi construída na cidade de Araraquara (Estado de São Paulo) a primeira planta brasileira para processar suco concentrado, usando a tecnologia proveniente da Flórida. Nos anos seguintes, surgiram outras unidades industriais em cidades paulistas, como Limeira, Bebedouro e Matão (HASSE, 1987).

Nos anos de 1983 - 1984, a produção industrial de suco de laranja no Brasil ultrapassou a dos Estados Unidos, tornando-se o país o principal produtor de laranja industrializada; o aumento da área plantada em São Paulo promoveu a transformação do estado na principal área cítricola, com 82% da produção nacional. No início da década dos anos 80, este estado assumiu também a posição de principal produtor e exportador mundial de suco de laranja.

## **2.1.2. RESÍDUOS DO PROCESSAMENTO INDUSTRIAL DA LARANJA**

### **2.1.2.1. CARACTERIZAÇÃO**

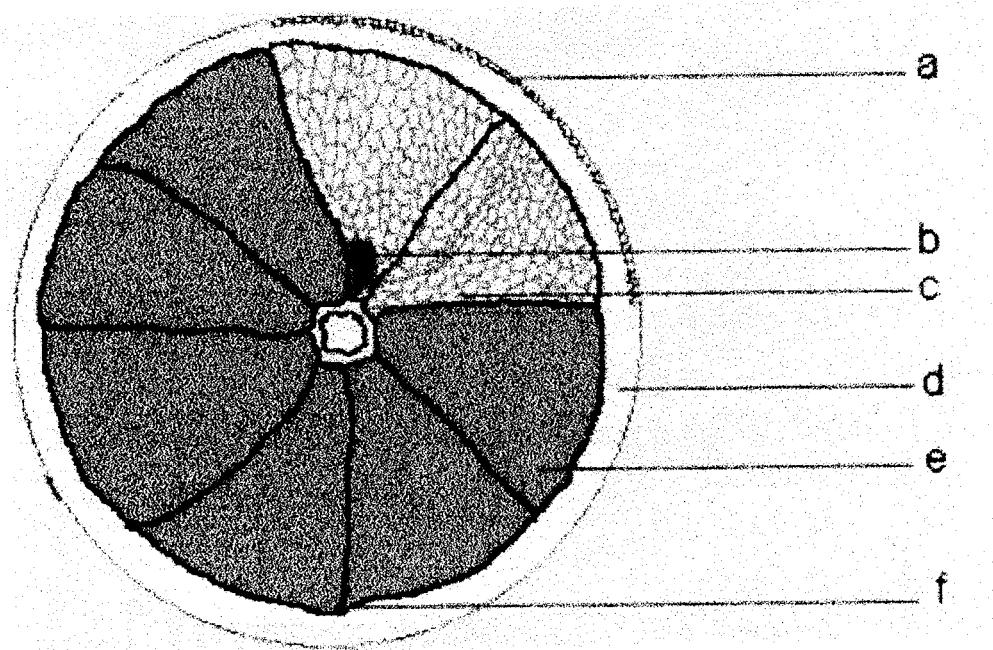
Morfologicamente, a laranja é composta de três diferentes partes: o *epicarpo* ou flavedo, constituído pela porção colorida da pele que contém carotenóides e óleos essenciais; o *mesocarpo* ou albedo, que consiste de uma grande quantidade de células parenquimatosas, ricas em substâncias pecticas e hemicelulosas; e o *endocarpo*, que constitui a porção comestível da fruta, composto principalmente de carpelos ou segmentos, geralmente entre 9 a 13 segmentos. No interior de cada segmento, são localizadas as vesículas de suco, as quais são ligadas à membrana carpelar por finos pêlos ou tricomas, que acumulam gradativamente o suco durante a maturação da fruta (TING & ROUSEFF, 1986).

Estudos realizados por McCORMICK (1981) indicaram que na laranja podem ser encontradas até seis fontes de fibras, localizadas em: vesículas de suco, núcleo, albedo, flavedo, membranas e sementes (Figura 1). Estas podem ser misturadas entre si, alterando a composição

das fibras alimentares, que depende da necessidade e da aplicação desejada.

A separação manual das partes da laranja madura (Pineapple orange) reportou a seguinte distribuição em peso: flavedo + albedo (37%); vesículas de suco (10%); membranas (19%); sementes (8%); e suco (26%) (BRADDOCK & GRAUMLICH, 1981).

BRADDOCK & CRANDALL (1981), utilizando um separador de albedo e flavedo, obtiveram 13% de flavedo e 30,67% de albedo na laranja Valência. Os pesquisadores também indicaram que o albedo representou o 69,7% do total da casca, e o flavedo, 30,3%.



**FIGURA 1.** Seção transversal de uma laranja

(a) glândula de óleo essencial; (b) semente; (c) vesícula de suco; (d) albedo; (e) carpelos ou segmentos; (f) membrana carpelar.

#### **2.1.2.2. COMPOSIÇÃO QUÍMICA E NUTRICIONAL DA POLPA DE LARANJA**

A composição da polpa de laranja variedade “Valência” lavada, e posteriormente seca por rolos aquecidos (Drum Dryer) foi determinada minuciosamente por PORZIO & BLAKE (1983). Assim os valores dos constituintes químicos são apresentados na tabela 1, e os conteúdos de vitaminas e minerais, na tabela 2.

**TABELA 1.** Composição Centesimal da polpa de laranja variedade “Valência” seca pelo processo Drum Dryer.

COMPONENTES	CONCENTRAÇÕES (%) <sup>(a)</sup>
Proteínas (N x 6,25)	8,60
Lipídios <sup>(b)</sup>	1,12
Cinzas	3,70
Açúcares totais	16,81
Fructose	4,15
Glicose	3,59
Fibra bruta	18,97
Fibra detergente neutra	32,89
Pectina total	48,47
Protopectina	36,34
Pectina solúvel	12,13
Amido	(c)

(a) = base seca;

(b) = utilizando éter etílico

(c) = normalmente não determinado

**TABELA 2.** Composição de Vitaminas e Minerais da polpa de laranja variedade “Valência” seca pelo processo Drum Dryer

COMPONENTES	CONCENTRAÇÕES (mg/100g) <sup>(a)</sup>
Vitamina A (I.U/100g) <sup>(a)</sup>	285,00
Vitamina B1	0,45
Vitamina B2	0,16
Vitamina B6	0,23
Vitamina C	23,30
Niacina	1,71
Cálcio	528,50
Magnésio	123,60
Sódio	65,89
Potássio	466,20
Ferro	0,30
Alumínio	0,30

(a) = base seca

(I.U) = unidades internacionais

### **2.1.2.3. COMPOSIÇÃO DA FIBRA DE ALGUMAS PARTES DA LARANJA**

Estudos realizados sobre a distribuição aproximada dos principais constituintes da fibra alimentar dos subprodutos do processamento industrial da laranja apresentaram os dados indicados na tabela 3 (BRADDOCK & GRAUMLICH, 1981).

**TABELA 3.** Fração de Fibra Alimentar em alguns componentes da laranja variedade “Pineapple”<sup>(a)</sup>

Fração de Fibra	g/100g de componentes frescos <sup>(b)</sup>				
	Cascas	Albedo	Vesíc. suco	Membranas	Sementes
Umidade	69,3	77,0 <sup>(c)</sup>	84,0	81,5	48,7
Hemicelulose	1,8	2,5	1,7	1,5	1,6
Celulose	3,8	2,8	3,5	3,5	6,8
Pectina	3,7	4,4	4,8	4,0	3,0
Lignina	0,3	1,5	1,0	0,7	3,2
Total	9,6	11,2	11,0	9,7	14,6

#### **OBSERVAÇÕES GERAIS**

<sup>(a)</sup> variedade de laranja

<sup>(b)</sup> valores médio para amostras em triplicata

<sup>(c)</sup> valores obtidos por BRADDOCK & CRANDALL (1981).

### **2.1.2.4. OBTENÇÃO DE POLPA DE LARANJA A PARTIR DE VESÍCULAS DE SUCO**

No processo industrial de extração de suco de laranja concentrado e congelado, o suco original apresenta elevado teor de polpa, aproximadamente 30%. Essa polpa é removida inicialmente nos “finishers” e posteriormente em centrífugas, onde é feita a clarificação do suco, com a finalidade de reduzir o conteúdo de polpa a níveis de 1 a 6%. A polpa obtida contém suco residual, que pode ser recuperado pelo processo de lavagem “pulp washing”, feita em roscas helicoidais misturadas, utilizando água ou suco de outros estágios, seguido de prensagem em finishers. A secagem de polpa cítrica pode ser realizada a partir de vesículas não lavadas ou lavadas. Devido à presença de altas concentrações de açúcares, as vesículas não lavadas tendem a caramelizar durante a secagem por rolos aquecidos (Drum Dryer), resultando em um produto escuro.

As vesículas de suco podem ser passadas durante 4 a 7 vezes através de um sistema de lavagem para remover açúcares e sólidos solúveis; esta operação é suficiente para preparar as vesículas para a secagem por rolos secadores (HENDRICK & KESTERSON, 1965).

Durante a secagem pelo processo Drum Dryer, as vesículas são aplicadas a um sistema de rolos de aço inoxidável aquecidos com vapor, no qual a temperatura, velocidade de rotação e abertura dos rolos devem ser corretamente regulados para se obter um filme com espessura e umidade desejada (KESTERSON & BRADDOCK, 1973).

#### **2.1.2.5. APROVEITAMENTO DOS RESÍDUOS DE EXTRAÇÃO DO SUCO DE LARANJA**

Cascas de cítricos e outros resíduos da extração de suco são tradicionalmente secos e comercializados para alimentação animal (KESTERSON & BRADDOCK, 1973); entretanto, pesquisadores têm explorado a possibilidade de utilizar estes recursos em outras formas. Foi observado que o flavedo (parte pigmentada) constitui-se em uma fonte potencial de carotenóides naturais (WILSON *et al.*, 1971; BRADDOCK & KESTERSON, 1974).

Os resíduos da extração de suco de laranja podem ser utilizados como fontes de fibra alimentar. Assim, processos de moagem foram ensaiados para produzir fibras desidratadas a partir de vesículas de suco, membranas, albedo, e casca inteira (FERGUSON & FOX, 1978).

BELSHAW (1978) observou que, durante a elaboração do pão, a farinha cítrica contendo uma mistura de polpa de laranja e grapefruit ocasionou um retardo no endurecimento e um aumento no conteúdo de fibra. O pesquisador recomendou o uso desta farinha em níveis de 2,5% para a produção de pães, sem detimento de suas características tecnológicas; e níveis de 5% para produtos mais escuros sem perda de volume ou alteração na estrutura do miolo. Esta farinha pode também substituir a farinha de trigo em níveis de 4 a 6%, para elaboração de bolo tipo "butter cake" sem afetar o volume, já que, pela sua elevada capacidade de retenção de água, atua como umectante, incrementando a vida de prateleira. Na elaboração de pão de ló, atua como estabilizador de espuma, e na formulação de "cookies", como agente umectante.

KESTERSON & BRADDOCK (1973) observaram que as vesículas de suco, após secagem, devido a suas excelentes propriedades de absorção de água (12:1) e absorção de lipídios (5:1), poderiam ser utilizadas como emulsificantes e agentes ligantes em produtos cárneos, salchichas, molhos desidratados, pudins e alimentos para animais domésticos.

FOX (1980) sugeriu que as vesículas desidratadas de suco, na sua forma inteira (sem moagem), poderiam ser utilizadas no preparo de bebidas com características similares ao suco de fruta natural. Outro mercado potencial para uso de vesículas de suco desidratado é a indústria de panificação, que produz pães com alto conteúdo de fibra alimentar, utilizando celulose ou outras fontes de fibras.

RIBEIRO (1996) testou vários níveis de adição de polpa de laranja, obtida das vesículas secas por rolos aquecidos (Drum Dryer), como fonte de fibra na elaboração de pães, em escala laboratorial. Observou que os pães contendo 2,5% de polpa de laranja apresentaram boa qualidade tecnológica; porém, a partir de 5% de adição de polpa, a qualidade do pão foi drasticamente prejudicada.

FOX (1980) examinou o uso potencial de albedo das frutas cítricas, e determinou a sua similaridade com as vesículas de suco. O pesquisador menciona que o albedo parece ser menos conhecida que as vesículas desidratadas.

BRADDOCK (1983) indicou que o albedo pode ser utilizado como um ingrediente potencial em bebidas e salchichas, da mesma maneira que as vesículas de suco.

## **2.2. FIBRAS NA ALIMENTAÇÃO HUMANA**

### **2.2.1 PRINCIPAIS CONSTITUINTES DAS FIBRAS ALIMENTARES**

As fibras alimentares estão constituídas de substâncias não digeríveis pelas enzimas do intestino delgado de mamíferos monogástricos: celulose, hemicelulose, pectinas, gomas, mucilagens e lignina. Essas substâncias estão situadas em uma matriz nas células dos vegetais, associados a outros tipos de substâncias que compartilham a característica comum de serem resistentes às enzimas digestivas do homem (WILLIAMS, 1985).

Entretanto, as ações biológicas da fibra alimentar não ficam limitadas unicamente aos carboidratos, mas também deve-se estender ao conjunto da parede celular, incluindo polifenóis, amido resistente à degradação, proteína lignificada, produtos da reação de Maillard e alguns minerais (LÓPEZ *et al.*, 1997).

### 2.2.1.1. CELULOSE

A celulose é um homopolímero linear de unidades de glicose anidra, unidas por ligações glicosídeas do tipo  $\beta$ -1,4. O grau de polimerização varia grandemente, dependendo da fonte e do tipo de processamento ao qual tinha sido submetida. A estrutura natural da celulose apresenta um grau de polimerização de 1.000 a 15.000 resíduos de glicose anidra (CHANG *et al.*, 1981).

As cadeias de celulose agregam-se para formar fibrilas elementares de aproximadamente 25 nm. e, considerando a disposição espacial destas cadeias lineares, há formação de pontes de hidrogênio entre os grupos hidroxila das cadeias adjacentes, o que resulta na cristalinidade da celulose (SASAKI *et al.*, 1979).

Assim, a celulose apresenta regiões onde as cadeias estão ordenadas paralelamente, denominadas cristalinas, as quais são separadas por regiões menos ordenadas, conhecidas como amorfas. Desta maneira, a celulose é considerada como uma substância paracristalina, mas nunca um perfeito cristal. O comprimento médio das regiões cristalinas é da ordem de 500 $\text{\AA}$  para a celulose nativa, e de 150 $\text{\AA}$  para a celulose regenerada, estimando-se a proporção do material cristalino em 50 - 90% (CHANG *et al.*, 1981).

GILBERT & TSAO (1983) estimaram que a celulose apresenta aproximadamente 85% de regiões cristalinas e 15% de regiões amorfas, e que esta característica é bem mais importante que muitas outras.

### 2.2.1.2. HEMICELULOSES

As hemiceluloses representam um grupo de polissacarídeos muito importante, geralmente ligados entre si ou com outros polissacarídeos, como microfibrilas de celulose e pectinas. Estes carboidratos incluem os polissacarídeos fortemente ligados à celulose que são facilmente solúveis em ácidos diluídos depois da eliminação da lignina (HEREDIA *et al.*, 1995). A maioria das hemiceluloses estão compostas de pentoses e hexoses, freqüentemente apresentam cadeia principal e ramificações, sendo por isso geralmente amorfas (WISKER & FELDHEIM, 1985). A estrutura das hemiceluloses varia grandemente, dependendo da origem da planta; entre as mais importantes pode-se mencionar: xilan, arabinoxilan, manan, galactomanan, glucomanan, arabinogalactan II,  $\beta$ -1,3 glucano, e  $\beta$ -1,3 -  $\beta$ -1,4 glucano.

#### 2.2.1.2.1. Xilanias

Contêm uma cadeia principal formada por resíduos de D-xilopiranose com ligações  $\beta$ -1,4. Na natureza, somente uma xilana pura foi caracterizada a partir de *Stipa tenacissima*, contendo 95 - 98% de xilose. É muito comum observar xilanias ramificadas, onde os C<sub>2</sub> de alguns resíduos de xilose estão substituídos por unidades de  $\alpha$ -4-O ácido metil glucurônico. A substituição também pode ocorrer nos C<sub>2</sub> ou C<sub>3</sub> por  $\alpha$ -arabinofuranose, que podem ser esterificados por grupos acetilas (WHISTLER & RICHARD, 1970). Algumas xilanias podem conter longas cadeias ramificadas, contendo arabinose e outros açúcares; algumas vezes estão ligados fortemente compostos polifenólicos, sendo necessárias prévias etapas de deslignificação para sua extração (STEPHEN, 1983; BRETT, 1990).

#### 2.2.1.2.2. Arabinoxilanias

Constituem os maiores componentes do material xilanósico da parede celular das gramíneas. Foi observado que uma arabinoxilana isolada do trigo apresentou uma cadeia lateral contendo somente um resíduo de arabinose unida aos C<sub>3</sub> ou C<sub>6</sub> da cadeia principal (HOFFMAN, *et al.*, 1992).

#### 2.2.1.2.3. Mananas

São polissacarídeos formados por uma cadeia de  $\beta$ -1,4 manose. Quando a cadeia apresenta também  $\alpha$ -1,6 galactose ao mesmo tempo, são denominadas galactomananas. As mananas puras são polissacarídeos muito compactos, devido à presença de um grande número de pontes de hidrogênio intramoleculares, chegando assim a ocupar posição entre as microfibrilas da celulose (BRETT, 1990). Entretanto, as galactomananas são solúveis em água, e podem ser classificadas como gomas e mucilagens (STODDART, 1984). Duas mananas morfologicamente diferentes foram identificadas em *Ivory nut* (*Phytelephas macrocarpa*). Uma delas apresenta estrutura cristalina, e a outra, estrutura amorfa; esta última apresenta microfibrilas muito parecidas à celulose (WHISTLER & RICHARD, 1970).

#### 2.2.1.2.4. Glucomananas

Formadas por uma cadeia de  $\beta$ -1,4 glicose e  $\beta$ -1,4 manose sem uma seqüência regular. As

glucomanananas que contêm um único resíduo de galactose na cadeia lateral, na mesma proporção que a glicose, são denominadas galactoglucomanananas, e têm um menor grau de polimerização que aqueles descritos previamente (STEPHEN, 1983).

#### **2.2.1.2.5. Xiloglucanas**

São heteropolissacarídeos com uma estrutura repetida de diferentes polissacarídeos; constituem a principal hemicelulose da parede primária das dicotiledôneas. As unidades já identificadas são: um heptassacarídeo e um nonassacarídeo. O primeiro é constituído por quatro resíduos de  $\beta$ -1,4 glicose e três de xilose terminal, unidas à cadeia de glicose principal por ligações  $\alpha$ -1,6. O nonassacarídeo contém ainda fucosil galactose ligado a um dos resíduos de xilose (EDELMANN & FRY, 1992).

#### **2.2.1.2.6. Glucuromanananas**

São polissacarídeos com cadeia principal formada por unidades de  $\alpha$ -1,4 manose e  $\beta$ -1,4 ácido glucorônico, com ramificações de xilose ou galactose unidas à manose por ligações  $\beta$ -1,6 ou de arabinose ligadas à manose por unidades  $\beta$ -1,3 (ASPINALL, 1983).

#### **2.2.1.2.7. Arabinogalactanas II**

Polissacarídeo com estrutura altamente ramificada, com resíduos de  $\beta$ -D- galactopiranose unidos à cadeia principal por ligações 1,3, e à cadeia ramificada, por ligações 1,6; com muita freqüência podem ser localizadas: L-arabinose, L-arabinopiranose, ácido D-glucurônico e ramnose nas cadeias laterais (WAKABAYASHI *et al.*, 1989; MANZI *et al.*, 1990).

#### **2.2.1.2.8. $\beta$ -1,3 Glucana**

Denominada também *callose*, é um polissacarídeo sintetizado pela célula, facilmente degradado; as ligações  $\beta$ -1,3 facilitam a conformação de uma estrutura helicoidal que permite a formação de microfibrilas. Os  $\beta$ -1,3 glucanos tem aparência de depósitos de diferentes tamanhos, e com freqüência apresentam variáveis zonas de contato entre o endosperma e a camada de aleurona (HEREDIA *et al.*, 1995).

### **2.2.1.2.9. $\beta$ -1,3 - $\beta$ -1,4 Glucana**

São polissacarídeos lineares, que ocorrem preferencialmente em plantas monocotiledôneas, usualmente unidos por ligações  $\beta$ -1,3 e separados por dois, três ou quatro resíduos de glicose unidos por ligações  $\beta$ -1,4. Entretanto, foi observado que, com o tempo, a proporção de ligações  $\beta$ -1,4 tende a aumentar. Glucanos deste tipo têm sido obtidos a partir de farinha de trigo e cevada; sendo sintetizada como uma etapa prévia à callose, é localizada totalmente no endosperma de maneira mais ou menos uniforme (RENARD *et al.*, 1990).

### **2.2.1.3. SUBSTÂNCIAS PÉCTICAS**

As substâncias pécticas consistem de uma complexa mistura de polissacarídeos coloidais, que podem ser extraídas da parede celular com água, ou com soluções de agentes quelantes. O material péctico está fortemente envolvido na estrutura e textura da parede celular de produtos vegetais. Polímeros com alto grau de esterificação (DE) tem pouca capacidade de interação com outros componentes da parede celular, e no entanto são realmente solúveis na água. Os polímeros com médio e baixo grau de esterificação são estabilizados por ligações iônicas, formando geléias com o cálcio, e podem ser solubilizados pelo uso de agentes quelantes, como oxalatos. Outros poderiam ser ligados covalentemente às hemiceluloses, celuloses e proteínas, sendo liberados somente por tratamento com álcalis ou ácidos diluídos (RENARD *et al.*, 1990).

O fato característico mais importante destes polissacarídeos é que estão formados por resíduos de ácido anidrogalacturônico; entretanto, eles também contêm resíduos de ramnose, arabinose e galactose. Geralmente a ramnose forma parte da cadeia principal, enquanto a arabinose e a galactose são achadas nas cadeias laterais, ligadas à cadeia principal por ligações covalentes (HEREDIA *et al.*, 1995).

Entre os polissacarídeos pécticos mais representativos da parede celular, pode-se mencionar os seguintes: ramnogalacturonana, arabinana, galactana, arabinogalactana I, e D-galacturonana.

#### **2.2.1.3.1. Ramnogalacturonana**

Tem conformação em zig-zag, pelo fato de aparecerem resíduos de 1,2 ramnose na cadeia de  $\alpha$ -1,4 ácido galacturônico. Quando a cadeia é ramificada no C<sub>4</sub>, forma-se uma configuração Y;

nessa estrutura, zonas altamente ramificadas alternam-se com zonas não ramificadas, dando lugar a compostos de alto peso molecular (HEREDIA *et al.*, 1995).

As cadeias curtas laterais são formadas por: D-galactose, L-arabinose, D-xilose, e menos freqüentemente por L-fucose, ácido D-glucorônico, 2-O-metil-D-xilose, 2-O-metil-L-fucose e D-apiose (OLSON, 1987).

#### **2.2.1.3.2. Arabinana**

Formada por resíduos de  $\alpha$ -L- arabinofuranose com ligações 1,5; apresenta zonas altamente ramificadas no C<sub>3</sub> e, em menor extensão, no C<sub>2</sub>. As ramificações são compostas principalmente de unidades de  $\alpha$ -arabinofuranose distribuídas de forma homogênea ao longo de toda a molécula. O arabinan é achado em vegetais, frutas e sementes (*Cajanus cajan*), sendo muito difícil de isolar, devido à sua extrema sensibilidade à presença de ácidos (SIDDIQUI & EMERY, 1990).

#### **2.2.1.3.3. Galactana**

É um homopolímero de  $\beta$ -1,4 galactose; entretanto, às vezes podem ocorrer ramificações de ácidos galacturônico ou glucurônico no C<sub>6</sub>. A galactana tem sido caracterizado a partir de *Lupinus*, e constitui um polissacarídeo de reserva, que é totalmente utilizada durante a germinação (STEPHEN, 1983).

#### **2.2.1.3.4. Arabinogalactana I**

Polissacarídeo formado por uma cadeia principal de  $\beta$ -1,4- D-galactose, com ramificações de arabinose no C<sub>3</sub> mantidas por ligações  $\alpha$ -1,5; algumas vezes pode estar ligada a ramnogalacturonam (STEPHEN, 1983).

#### **2.2.1.3.5. D-Galacturonana**

Constituída de unidades  $\alpha$ -1,4-ácido galacturônico com um grau variável de esterificação. A proporção de metilação é expressada pelo conteúdo em metoxila (-OCH<sub>3</sub>); a metilação total pode chegar até um conteúdo em -OCH<sub>3</sub> de 13%, o que significa uma esterificação aproximada de 80% de seus grupos carboxílicos. Em geral, as pectinas extraídas de diversos vegetais

apresentam conteúdos de metoxila compreendidos entre 10 e 12% (HEREDIA *et al.*, 1993). O comprimento das cadeias é variável, podendo incluir desde algumas unidades a várias centenas de resíduos de ácido galacturônico, o que representa uma faixa de pesos moleculares que se estende desde 1.000 até 100.000.

As pectinas obtidas de vegetais são compostas de moléculas de comprimentos variáveis, mas em geral pouco diferentes da média. Nos vegetais, as pectinas estão ligadas freqüentemente à celulose, especialmente nas paredes celulares, na forma de um complexo insolúvel em água, ainda pouco conhecido, chamado protopectina; às vezes, é suficiente um leve aquecimento em meio ácido para liberar a pectina, que é solúvel em água. Alguns pesquisadores têm relatado a possibilidade de que a pectina seja composta de uma região linear, ou homogalacturonana, e outra ramificada, denominada rhamnogalacturonana (KATO & NEVINS, 1989).

#### **2.2.1.4. LIGNINA**

Quando os tecidos das plantas têm sua fase de crescimento finalizada, algumas células diferenciadas específicas sintetizam lignina, substância que pode ser caracterizada como um composto tridimensional formado por unidades de fenilpropano (HEREDIA *et al.*, 1993). Embora a estrutura química da lignina não tenha sido completamente elucidada, é reconhecido que ela forma uma estrutura reticular muito complexa, que tem como precursores três álcoois aromáticos: coniferílico, cumarílico e sinafílico, unidos por uma grande variedade de ligações. Durante a polimerização, as moléculas se expandem inteiramente na parede celular, deslocando água e produzindo como resultado uma estrutura fortemente hidrofóbica que interage com os outros componentes da parede celular (HEREDIA *et al.*, 1995).

A presença de lignina na parede celular é o principal fator responsável pelas dificuldades na degradação da fibra nas plantas, pois ela forma um tipo de cobertura que torna quase impossível a penetração de agentes químicos ou enzimáticos até os outros componentes da fibra. Assim, as substâncias pécticas que constituem a principal fração digerível da parede celular, como celuloses e hemiceluloses, são protegidas e possivelmente cobertas diretamente por uma barreira de lignina (WILSON *et al.*, 1989).

A lignina também forma uma barreira efetiva contra alguns patógenos, constituindo uma boa proteção contra as possíveis infecções. Além da lignina, outros compostos fenólicos podem estar presentes, sendo o mais significativo o **ácido ferúlico**, que esterifica arabinose e galactose

nas substâncias pécticas. Nas regiões internas das plantas de trigo, o ácido ferúlico forma ésteres e éteres em proporções parecidas, mas durante o processo de maturação, as formas esterificadas diminuem. Contraditoriamente, o ácido cumárico é achado predominantemente em forma esterificada, e a concentração dessa forma aumenta com a maturação (IIYAMA *et al.*, 1990).

A polimerização da lignina inicia-se na lâmina média, continuando logo após na parede primária e a seguir na parede secundária. Os álcoois são oxidados na parede celular pela ação da peroxidase, dando lugar à formação de radicais **fenoxi-mesoméricos**, que interagem espontaneamente para formar lignina pela reação fotoquímica da luz solar (ERASO & HARTLEY, 1990).

A composição química da lignina é diferente em cada grupo de plantas: as gimnospermas têm alta proporção de álcool coniferil; entretanto as dicotiledôneas e angiospermas têm igual proporção de álcoois coniferil e sinafil; as monocotiledôneas, por outro lado, têm a mesma quantidade dos três álcoois (SELVENDRAN, 1984).

## ***2.2.2. IMPORTÂNCIA DAS FIBRAS ALIMENTARES***

Estimativas realizadas no início da década de 90 revelaram que 35% dos câncers, e talvez 50% das doenças cardiovasculares, são causadas por dietas tipicamente pobres em fibras, ricas em gordura e altas em carcinogênicos (ALABASTER, 1990).

Pesquisas feitas na Alemanha demonstraram que pelo menos 25% dos alemães sofrem de constipação intestinal. Estes efeitos foram atribuídos à falta de fibra na alimentação, indicando que em 1880, a média de consumo por pessoa era de 50g de fibra/dia, enquanto que em 1980 a ingestão foi apenas de 20 – 25g/dia (BECKER *et al.*, 1986).

A diminuição da fibra na dieta contribui para a modificação do bolo fecal, com variações químicas e microbiológicas, endurecimento, diminuição do volume e da freqüência de defecação (VAN SOEST, 1978).

As fibras alimentares iniciam sua atuação na boca fornecendo textura aos alimentos e diminuindo a velocidade de ingestão. Pesquisas apontaram que indivíduos alcançam saciedade breve e longa satisfação após ingerir alimentos contendo fibra alimentar, os quais são, por isso, também recomendados na redução de peso e tratamento de obesidade (GORDON, 1989).

No estômago, a fibra alimentar atua como agente espessante, aumentando o volume dos

alimentos ingeridos e o tempo de esvaziamento gástrico. Foi demonstrado que a pectina, principal componente da fibra alimentar solúvel, aumenta a viscosidade do conteúdo gástrico, retardando o seu esvaziamento e diminuindo a proporção de absorção de carboidratos no intestino delgado, reduzindo assim o nível de glicose sérica (SCHENEEMAN, 1986).

EASTWOOD & MORRIS. (1992) observaram que os mecanismos pelos quais as fibras intervém nos processos de absorção de nutrientes no tracto gastrointestinal são: a prolongação do tempo de esvaziamento gástrico e retardo na absorção de nutrientes. A prolongação no tempo de esvaziamento gástrico é explicada pelo fato que as dietas com altos conteúdos de fibras promovem a saciedade nas pessoas e, pelo fato de serem volumosas, requerem longos períodos de digestão e esvaziamento gástrico.

Com relação ao papel das fibras no intestino delgado, diversas pesquisas mostraram que o hábito intestinal dos habitantes das regiões rurais da África e Ásia, cujo consumo de fibra alimentar total é de aproximadamente 50-150 g/dia, compreende um trânsito intestinal de 30 horas, enquanto que os povos da cultura ocidental, que consomem ao redor de 25-30 g/dia, apresentam um trânsito intestinal de 60-90 horas, o que significa evacuar diariamente fezes com 3 ou 4 dias de atraso. Por outro lado, dados experimentais indicaram que as fibras solúveis, por serem viscosas, podem influenciar o acesso de carboidratos à superfície da mucosa e, assim, tornar mais lenta a absorção dos mesmos (GAMA, 1990).

JUNIOR & ZATZ (1981) observaram que pacientes mantidos sob dieta adicional de fibra vegetal, sob a forma de biscoitos enriquecidos com fibras, apresentaram trânsito intestinal reduzido, maior número de evacuações, com volume e consistência normais, comparados à dieta com alimentos tradicionais.

Estudos realizados por JENKINS *et al.* (1978) indicaram que o consumo de polissacarídeos, que constituem a maior parte da fibra alimentar em frutas e vegetais, ocasionaram importantes benefícios no tratamento de pacientes com diabetes e doenças cardiovasculares, já que as fibras têm a propriedade de abaixar os níveis de glicose sanguínea e colesterol sérico.

CAMIRE *et al.* (1993) avaliaram a capacidade das cascas de batata extrusada e não extrusada sobre a absorção de ácidos biliares através de ensaios *in vitro*, concluindo que o produto extrusado teve maior capacidade para absorver os ácido deoxicólico, cólico e glicocólico;

mas não observaram diferenças entre os produtos na absorção de ácido taurocólico.

WOOD *et al.* (1990) relataram que a principal explicação para a redução da hipoglicemía pós-prandial é o abaixamento da atividade amilásica, devido às alterações na digestão e difusão dos produtos finais desde a luz até a superfície da mucosa intestinal. Este fato é atribuído ao incremento da viscosidade do conteúdo do duodeno por efeito da hidratação da fibra alimentar solúvel, dando lugar à formação de um gel viscoso que atua como uma barreira física, retardando o contato entre enzima e substrato.

POURCHET (1990) notou que fibras solúveis tem a propriedade de diminuir significativamente o nível de colesterol sérico. Embora diversas hipóteses tenham sido levantadas e estudadas para explicar a ação sobre as taxas de colesterol, a que parece mais plausível e tem sido bastante estudada é a da alteração do metabolismo dos ácidos biliares. Os ácidos biliares e esteróides neutros são sintetizados no fígado, a partir do colesterol; são secretados na bile e, normalmente retornam ao fígado via reabsorção no intestino delgado (ciclo entero-hepático). A ação das fibras decorreria diretamente sobre esse ciclo, da seguinte maneira:

- ◆ Por afinidade com os ácidos biliares, promoveria o aumento da taxa de excreção destes elementos, nas fezes;
- ◆ Seqüestrando os ácidos biliares em suas malhas (gel) pela ação conjunta da flora bacteriana, dando origem a ácidos biliares secundários dificilmente reabsorvíveis, e que seriam eliminados;
- ◆ A combinação desses mecanismos resulta, em última análise, no impedimento da reabsorção dos ácidos biliares, promovendo a interrupção do ciclo entero-hepático, o que faria aumentar a exigência de colesterol para a síntese dos ácidos biliares, tendo o organismo que recorrer a seu *pool* de colesterol disponível.

No cólon ocorrem a maioria das alterações na fibra alimentar, sendo importante o seu efeito fisiológico decorrente de sua habilidade para aumentar o peso fecal e da sua capacidade de ligação de água, estando ambas diretamente relacionadas (GORDON, 1989).

As fibras solúveis, dada sua alta porosidade, são substratos mais adequados para a fermentação pelas bactérias que as fibras insolúveis, pelo fato de que nas fibras insolúveis a penetração das bactérias não ocorre com facilidade (SCHENEEMAN, 1987). A parede celular é

mais facilmente degradada quando nela abunda ácido galacturônico e arabinose, entretanto xilose e glicose conferem-na rigidez (GUILLON *et al.*, 1992; GUILLON *et al.*, 1995).

Pesquisadores tem relatado que as fibras alimentares são fermentadas no cólon, principalmente pelos gêneros: Bacteroides, Eubacterium, Bifidobacterium e Peptostreptococcus, dando lugar à produção de ácidos orgânicos de cadeias curtas, entre eles: propiônico, butírico e acético; e gases, como: CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> e H<sub>2</sub>S (ROYALL *et al.*, 1990).

Os gases formados são expelidos como flatos ou após absorção pelos pulmões. Gases e ácidos orgânicos voláteis são absorvidos pela corrente sanguínea, e podem contribuir para aumentar o bolo fecal e diminuir o tempo de trânsito intestinal. A maior parte dos ácidos orgânicos voláteis produzidos são absorvidos e utilizados no metabolismo aeróbio do organismo humano, como fonte de energia suplementar. A absorção de ácidos orgânicos de cadeia curta no cólon estimula a absorção de sódio e de água (CUMMING & ENGLYST, 1987).

### **2.2.3. EFEITOS DA SUPLEMENTAÇÃO COM FIBRAS SOBRE A QUALIDADE DOS PRODUTOS ALIMENTÍCIOS**

Alfa celulose, celulose de polpa de madeira, farelo de cereais, celulose microcristalina e outros materiais lignocelulósicos têm sido introduzidos como ingredientes numa grande variedade de produtos de panificação, para incrementar o conteúdo de fibra alimentar e satisfazer a crescente demanda do consumidor (GOULD *et al.*, 1989).

GORCZYCA & ZABIK (1979) empregaram farinha de trigo substituída por celulose, em níveis de 0 a 30%, no preparo de biscoitos doces, e observaram que, à medida em que se aumentava o nível de celulose nos biscoitos, havia redução da expansão, crocância, coloração e qualidades sensoriais.

LAI *et al.* (1989) estudaram o efeito da adição de farelo de trigo sobre o volume do pão branco; estes pesquisadores observaram que a adição de 14% de farelo (grosso) à farinha de trigo ocasionou uma diminuição de 20% no volume do pão. Entretanto, este volume era recuperado pela adição de 6% de água em excesso (com base no estabelecido pelo mixógrafo) e 2% de estearoil lactilato de sódio (SSL). Os pesquisadores relataram que, adicionando à massa farelo com tamanho de partícula menor (fino) previamente hidratado, água em excesso e SSL, podem-se utilizar níveis de substituição de até 22% e obter pães com volume similar ao controle.

Procedimentos físicos e químicos foram utilizados por CHEN *et al.* (1988) na caracterização da fibra de maçã, concluindo que este produto representa uma boa fonte de fibra alimentar, com capacidade de absorção de água superior aos farelos de trigo e aveia. Durante a elaboração de pão, foi observado que a substituição de 4% da farinha de trigo por fibra de maçã previamente hidratada promoveu uma diminuição de 14% no volume do produto. Porém, nenhum efeito adverso foi evidenciado para valores de 4% de substituição no preparo de "cookies" e "muffins". O problema principal na utilização da fibra de maçã em produtos de panificação é a formação de uma massa fraca com reduzida habilidade de retenção de gás durante o processamento.

BRUEMMER *et al.* (1989) estudaram a influência da adição de fibra da polpa de beterraba para tamanhos de partícula média e fina, em níveis de 5 e 10% de substituição, sobre a elaboração de pães, pastéis e biscoitos, utilizando farinhas de trigo e centeio. Os pesquisadores observaram que as propriedades de estocagem melhoraram nos pães e pastéis. Porém, a adição de fibra da polpa de beterraba teve efeitos negativos nas propriedades sensoriais e texturais dos biscoitos.

OLIVEIRA & REYES (1990) adicionaram flocos de milho como fonte de fibra alimentar à farinha de trigo em níveis de 50% durante a elaboração de biscoitos, notando que a qualidade sensorial e as características tecnológicas foram aceitáveis. Entretanto, o conteúdo de fibra no produto final foi de 23,2%, determinada como fibra detergente neutra.

TANGKANAKUL *et al.* (1995) estudaram os efeitos da adição de diferentes fontes de fibras (cascas de vagens vermelhas, farelo de arroz, cascas de soja, sementes de sésamo branco) à farinha de trigo, a níveis de até 30%, durante a elaboração do pão. Assim mesmo, substituiram-se até níveis de 70% da farinha por outras fontes de fibra (coco, cascas de soja, gérmen de trigo e sementes de girassol) na elaboração de biscoitos tipo *cookies*. Os pesquisadores relataram que os pães suplementados com diferentes tipos de fibra apresentaram diminuições no volume; por outro lado, foram notados incrementos na densidade e dureza. Finalmente, foi evidenciado que as fibras incrementaram o fator de expansão e diminuíram a densidade dos *cookies*.

CHO *et al.* (1996) avaliaram a aceitabilidade de pães produzidos com fibra de torta de soja (59,0% FAT). Os pães elaborados com 10% de substituição em relação à farinha de trigo, apresentaram incremento no peso e diminuição no volume. Mesmo quando o produto apresentou

um conteúdo de fibra três vezes maior que o controle (100% farinha de trigo), este foi qualificado como inaceitável quando avaliado sensorialmente.

KEGOYA (1997) estudou o efeito da adição de pectina em níveis de 0-10% sobre a vida de prateleira de pães. Após preparação e estocagem dos produtos a 25°C durante 5 dias, os resultados mostraram a importância da adição da pectina para prevenir diminuições no volume específico, umidade, grau de gelatinização e firmeza durante a estocagem. O pesquisador concluiu que a pectina pode ser efetivamente usada para melhorar a vida de prateleira dos pães.

KIM *et al.* (1997) adicionaram farelo de arroz em diferentes formas: natural, extrusado e torrado, para avaliar os efeitos em relação a sua capacidade como ingrediente durante a elaboração de produtos de panificação. Os testes de avaliação mostraram que farelo de arroz incrementou o peso do pão, a cor do miolo e crosta, porém, ocasionou diminuição no volume. A avaliação sensorial revelou que a média de aceitabilidade para todas as amostras suplementadas foi baixa, quando comparada com o controle. Entretanto, nenhuma diferença significativa foi atribuída aos processos de extrusão e torração.

ARORA & CAMIRE (1994) avaliaram os efeitos das cascas de batata extrusadas e não extrusadas como fonte de fibras na elaboração de produtos de panificação. "Muffins" elaborados com 25% de cascas em substituição parcial à farinha de trigo apresentaram-se escuros, com volume reduzido e mais resistentes à compressão. As características sensoriais, como: forma, cor, odor e sabor, não apresentaram diferenças significativas com relação a tipo de cascas (extrusada ou sem extrusar), quando avaliadas por um grupo de provadores experimentados. Entretanto, nos produtos elaborados com cascas extrusadas, observou-se menor coesividade. Quando níveis de 10 ou 15% destas cascas foram adicionadas à farinha de aveia para elaboração de "cookies", os produtos resultaram escuros, duros e com diâmetro reduzido, porém, diferenças na cor foram evidenciadas no nível de 10% quando comparadas com o controle. Após 4 semanas de armazenamento, os "cookies" apresentaram maior dureza com relação ao controle, mas essas diferenças diminuíram com o tempo de estocagem. Os "cookies" elaborados pela substituição de 15% de cascas extrusadas apresentaram os mais baixos índices de peróxido, quando comparados com as outras formulações. Os pesquisadores concluíram que as cascas de batata extrusadas apresentaram reduzido nível de alcalóides e ofereceram maior habilidade na conformação da massa para pão, ao mesmo tempo prolongando a vida de prateleira e incrementando o conteúdo

de fibra alimentar em produtos de panificação.

Infelizmente, algumas propriedades físicas das fibras ocasionam diminuição no volume dos produtos de panificação e proporcionam uma sensação de areia ao paladar, principalmente quando empregados em níveis elevados (GOULD *et al.*, 1989). Provavelmente isto acontece porque as partículas tendem a se hidratar mais rapidamente na superfície do que no interior, reduzindo o grau de amolecimento delas na matriz da massa. Esta incompleta hidratação funcionaria como uma inclusão, que quebra a massa, por corte das cadeias de glúten. Desta forma, seu uso em panificação é reduzido a níveis relativamente baixos (HOSENEY, 1986).

Vários pesquisadores trataram de explicar os efeitos da adição de fibras sobre a baixa qualidade tecnológica de certos produtos de panificação, atribuindo-a a vários fatores. Assim, POMERANZ *et al.* (1977) relataram que, quando 5% de farinha de trigo foi substituída por fibra de cereais, o volume do pão diminuiu até um nível que seria esperado pela diluição do glúten. Entretanto, quando níveis acima de 7% de substituição foram utilizados, o volume do pão diminuiu mais do que seria esperado pela simples diluição do glúten. Estes pesquisadores demonstraram, através de microscopia eletrônica, que o material fibroso nesta porcentagem inibe a formação de uma estrutura fina no miolo, a qual está presente em massas que não contêm fibra.

Maiores estudos foram realizados por CHEN *et al.* (1988), com o intuito de pesquisar os efeitos das fibras sobre as propriedades físicas do glúten e as propriedades de mistura da farinha de trigo. Foi observado que a adição de baixas quantidades de fibra de maçã (2 e 4%) estabeleceram tendência para aumentar o tempo ótimo de mistura. Os pesquisadores relataram que, durante a mistura, as proteínas são hidratadas, formando uma rede, ou estrutura tridimensional, sendo estabilizada pela formação de pontes dissulfeto inter e intramoleculares dentro das subunidades protéicas. O incremento no tempo de mistura foi associado com a diminuição na velocidade de hidratação das proteínas; esta mudança seria explicada pelo menos parcialmente pela diluição do glúten.

A incorporação de fibras alimentares em pães, além de provocar incrementos na absorção de água, no tempo de mistura e no valor da tolerância, pode também aumentar o peso do pão, e reduzir o seu volume. O aumento de absorção de água pode ser causada pela habilidade da fibra em ligar-se facilmente com a água; o longo tempo de mistura é devido à diluição do glúten, e à dificuldade de misturar homogeneousmente a fibra com a farinha; o aumento no valor da tolerância

está associado com a resistência do glúten aos danos mecânicos, devido às possíveis interações entre o material fibroso e as cadeias de glúten; o aumento no peso do pão é devido à maior capacidade de retenção de água e, finalmente o decréscimo do volume do pão para concentrações de fibra acima de 10% pode ser explicada pela diluição do glúten, pelas interações químicas entre o glúten e o material fibroso (CHEN *et al.*, 1988).

O principal problema na produção de pães com alto conteúdo de fibra alimentar é a obtenção de uma massa com qualidade fraca e com problemas na crosta, como bolhas, enrugamentos e buracos (POMERANZ *et al.*, 1977). Um outro fator prejudicial evidenciado por CAPREZ *et al.* (1986), refere-se à textura grosseira do pão, resultando em perda de qualidade do produto.

Pesquisas têm mostrado que, algumas vezes, pré tratamentos prévios - físicos, químicos, enzimáticos ou termomecânicos - são necessários para melhorar as características físico-químicas de algumas fibras, desta maneira permitindo um melhor uso na elaboração de produtos alimentícios (GOULD, 1985).

Em um estudo onde palha de trigo pré-tratada com peróxido de hidrogênio alcalino substituiu a farinha de trigo, em proporção de 2 a 50%, para elaboração de bolo de chocolate, mostrou-se que o volume do bolo preparado com menos de 30% de substituição foi incrementado em até 10%, quando comparado com o controle, elaborado com farinha de trigo. Além disso, o bolo, preparado com mais de 40% de substituição, não apresentou diferença significativa, em relação ao controle, para um grupo de provadores que avaliaram o sabor e a textura (JASBERG *et al.*, 1989).

Outros pesquisadores relataram a utilização de torta de azeitona previamente modificada por enzimas na elaboração de pães. Os resultados mostraram que produtos elaborados pela adição de 10% de torta tratada apresentaram sabor e textura melhoradas em relação aos pães preparados com a torta não tratada (VALIENTE *et al.*, 1995).

DOUGHERTY *et al.* (1988) empregaram casca de aveia pré-tratada com peróxido de hidrogênio alcalino ( $\text{pH} = 10\text{--}12$ ) na elaboração de pães, biscoitos e massas alimentícias. Observaram que a sensação de areia ao paladar, reportada por outros pesquisadores (GOULD *et al.*, 1989), tinha desaparecido com o tratamento. O sabor e cor também foram melhorados, em comparação ao controle. Concluíram que a casca de aveia modificada pode ser usada com êxito

como ingrediente no preparo de pães, biscoitos e massas alimentícias com baixo conteúdo calórico.

Estes fatos são importantes para encontrar um ponto de equilíbrio entre as propriedades funcionais e os efeitos nutricionais da fibra alimentar alimentar por aplicação de tratamentos tecnológicos prévios (JOHNSON *et al.*, 1992).

#### **2.2.4. MODIFICAÇÃO DE FIBRAS ALIMENTARES POR EXTRUSÃO**

Atualmente, processos termomecânicos, como a extrusão, estão sendo aplicados com o objetivo de melhorar as propriedades funcionais das fibras e incrementar o nível de incorporação nos alimentos (ARTZ *et al.*, 1990).

A extrusão pode ser definida como um processo contínuo e unitário, no qual os produtos são introduzidos em um cilindro aquecido e empurrados, por meio de um parafuso giratório, em direção a uma matriz que é projetada para dar forma e/ou expansão, secagem e contra-pressão ao produto extrusado. O princípio básico aplicado a alimentos é a modificação dos mesmos por ação do calor, pressão e atrito mecânico. Uma das vantagens da extrusão é a possibilidade de execução das principais funções deste sistema ao mesmo tempo, ou seja: misturar, cozinhar e estruturar o alimento. Como o tempo de processamento é de poucos segundos, o cozimento por extrusão pode ser propriamente classificado como um processo HTST (VILELA & EL-DASH, 1987).

ANDERSON *et al.* (1981) aplicaram a extrusão na elaboração de “crispbread” com alto conteúdo de fibras, empregando misturas de amido, glúten e farelo de trigo em vários níveis de concentração. Mesmo quando existem referências de que a incorporação de fibra pode beneficiar as características de alguns produtos, a informação sobre a possibilidade de modificar as propriedades funcionais da fibra através do processo de extrusão são muito limitadas.

Trabalho similar ao de ANDERSON *et al.* (1981) foi desenvolvido para caracterizar o efeito do processo de extrusão sobre as propriedades funcionais de formulações com fibra e amido de milho. Empregaram-se diferentes temperaturas e diferentes velocidades de parafuso. A conclusão final foi de que o efeito da extrusão na fibra de milho resultou pouco evidente. Mesmo quando a microscopia eletrônica de varredura apresentou alguma modificação estrutural, foi difícil avaliar se as mudanças foram devidas à fibra, ao amido, ou à fração protéica (ARTZ *et al.*, 1990).

A qualidade de snacks elaborados em extrusor de dupla rosca, a partir de milho com misturas de isolado protéico de soja (SPI), celulose de algodão linterizada (CEL) ou fibra de soja (SF), foram estudados por CAMIRE & KING (1991). Níveis de substituição de 10% de farinha de milho por celulose de algodão linterizado ou fibra de soja tiveram pouco efeito nas características dos produtos extrusados. O uso de níveis de 15% de isolado protéico de soja promoveu incrementos na expansão, reduziu a viscosidade aparente e promoveu um marcado escurecimento dos produtos, quando comparados com o controle. As amostras elaboradas com adição de fibras apresentaram um marcado incremento na solubilidade de nitrogênio e alta perda de lisina disponível após extrusão.

Nos últimos anos, muitos trabalhos foram desenvolvidos para estudar os efeitos da extrusão nas modificações estruturais e funcionais das fibras. Assim, pesquisas têm mostrado que o cozimento de fibras por extrusão pode produzir mudanças nas suas características estruturais e propriedades físico-químicas, sendo o efeito principal uma redistribuição de fibra insolúvel para fibra solúvel. GUILLON *et al.*, (1992).

RALET; THIBAULT & VALLE (1991) extrusaram polpa de beterraba, com extrusor dupla rosca, sob várias condições de processo. Os resultados indicaram que as propriedades de hidratação não foram significativamente alteradas. Entretanto, a solubilidade em água foi incrementada de 16,6 até 47,5%, quando a severidade do tratamento também foi incrementada. As substâncias pécticas com alto grau de esterificação e alto conteúdo de açúcares neutros foram os principais polissacarídeos solubilizados.

RALET, VALLE & THIBAULT (1993) estudaram o efeito do cozimento por extrusão na modificação de fibra de cascas de ervilha, com diferentes tamanhos de partícula (80 e 500 µm) com extrusor dupla rosca. Os pesquisadores observaram que, em todos os casos, a solubilidade dos produtos em água foi incrementada de 3,6 até 15,3%, com a severidade do tratamento. A análise dos resultados indicou uma parcial solubilização da fibra, sem chegar a uma extensiva degradação da estrutura polimérica. Foi evidenciado que substâncias pécticas e hemiceluloses foram os materiais solubilizados; este incremento na solubilidade poderia estar associado com incrementos na viscosidade, melhorando desta maneira os efeitos terapêuticos das fibras. As propriedades de hidratação variaram muito com a distribuição do tamanho de partícula dos produtos e não foram marcadamente modificadas pelo processo de extrusão.

GOURGUE *et al.* (1994) aplicaram o processo de extrusão sob condições rigidamente controladas para estudar os efeitos do processo nas características fisico-químicas das cascas de laranja e limão. Posteriormente, avaliaram os efeitos das cascas sobre a hidrólise enzimática de amido e a velocidade de difusão da glicose. Foi observado que o tratamento por extrusão incrementou a fração solúvel da fibra alimentar, aumentando a solubilização das substâncias pécticas e cadeias de arabino-galactomananas. A viscosidade aparente do extrato aquoso da fibra extrusada foi incrementada levemente para a laranja, e marcadamente para fibra de limão. Em ambos os casos, os valores de viscosidade foram maiores em tampão tris-malato (0,1M) que em NaCl (154mM). Entretanto, foi observado que as modificações não influenciaram marcadamente a hidrólise do amido e a velocidade de difusão da glicose *in vitro* nos níveis testados. Resultados mais satisfatórios foram obtidos pela mesma equipe de pesquisadores, utilizando polpa de manga (*Mangifera indica L.*) como fonte de fibra alimentar.

### **3. MATERIAL E MÉTODOS**

#### **3.1. MATERIAL**

##### **3.1.1. MATÉRIA - PRIMA**

###### **3.1.1.1. POLPA DE LARANJA**

A polpa de laranja utilizada foi fornecida pela **Citrosuco Paulista S.A.**, Limeira, SP. O material esteve constituído por vesículas de suco e membranas provenientes da extração de suco de laranja das variedades: Pêra, Natal, Valência e Hamlin.

###### **3.1.1.2. FARINHA DE TRIGO**

A farinha de trigo utilizada no presente estudo foi de glúten fraco, com baixo conteúdo de proteínas (10%), obtido junto ao moinho **Santista S.A.**, Santos, SP. Os outros ingredientes normais para elaboração deste tipo de biscoitos - sacarose, gordura vegetal hidrogenada, fermento químico, cloreto de sódio, leite em pó, lecitina de soja - foram produtos comerciais.

#### **3.1.2. REAGENTES**

Nas determinações químicas, foram utilizados reagentes de pureza analítica e de acordo com as especificações requeridas pelos métodos empregados.

#### **3.1.3. EQUIPAMENTOS**

Além da vidraria e aparelhos comuns, foram utilizados os principais equipamentos:

- \* Agitador horizontal de tubos **BRABENDER**;
- \* Analisador de textura **TA XT2-TEXTURE ANALYSER** (NY/stable Micro System, Hasleure Surrey, UK) acoplado a um microcomputador **AT 386 DX**;
- \* Aparelho **PRODUTEST** com peneiras de 20, 32, 35, 60, 80, 100 mesh e fundo;
- \* Balança analítica, marca **FANEM**, modelo **S - 2000**;
- \* Balança **AND - Infrared Moisture Determination**, modelo **AD4714A**;

- \* Balança analítica METTLER-TOLEDO, modelo AB204, com capacidade máxima de 210g;
- \* Balança semi-analítica METTLER-TOLEDO, modelo B3002, com capacidade máxima de 3100g;
- \* Batedeira planetária KITCHENAID PROFESSIONAL, modelo K45SS;
- \* Batedeira HYPO modelo HAE-10, 2kW, 220V;
- \* Centrífuga FANEM, modelo 204-NR, com rotação de 0 - 6000 rpm;
- \* Colorímetro triestímulo MINOLTA (Minolta Chroma Meter), modelo CR-300, com medida de área de 8mm;
- \* Digestor e destilador de proteínas Micro- Kjeldahl, marca TECNAL, modelo TE036-E;
- \* Espectrofotômetro BECKMAN, modelo DV-70;
- \* Estufas de secagem FANEM, modelo 320-SE, com circulação de ar forçada (0-300°C);
- \* Extrusor de laboratório, marca "Brabender" com rosca única, modelo 20 D/N - GNF 101412;
- \* Farinógrafo BRABENDER, modelo 810101;
- \* Forno elétrico MULTI-SUPREMA, modelo MSI-10A;
- \* Formas de alumínio para os testes de elaboração de biscoitos tipo cookies;
- \* Geladeira BRASTEMP de 110 V;
- \* Microscópio eletrônico de varredura JEOL, modelo JSM 5800 LV;
- \* Mini-forno HYPO, modelo HF4B, 7Hw., 20A., 220v
- \* Misturador de alta velocidade, marca OSTER, com velocidade controlável;
- \* Moinho de facas RENARD, modelo MFC-180-75-01, N°5753;
- \* Moinho de martelos fabricado por máquinas TIGRE S.A., tipo CV.2;
- \* Moinho de rolos marca "Brabender", modelo Quadrumatic Sênior;
- \* Mufla FORNITEC - digital;
- \* Paquímetro MITUTOYO;
- \* Planímetro marca ZERO SETTING;
- \* Potenciômetro digital DIGIMED, modelo DM20, com compensador de temperatura DMF- NI, temperatura regulável de 0 a 100°C e faixa de pH de 0 a 14;
- \* Prensa SCHWING – SIWA “Equipamentos Industriais S. A – Brasil”, Capacidade 0–15 Ton.
- \* Seladora LORENZETTI;
- \* Agitador MARCONI (com agitação horizontal), modelo Indic 50 (temperatura: - 20 a 100°C);
- \* Viscosímetro rotacional BROOKFIELD RHEOMETER, modelo Lv. Spindle: SC4-18.

### **3.2. MÉTODOS**

#### **3.2.1. PROCESSAMENTO DE EXTRUSÃO PARA MODIFICAÇÃO DE FIBRA DA POLPA DE LARANJA**

##### **3.2.1.1. EQUIPAMENTO**

Foi empregado um extrusor de laboratório BRABENDER de rosca única (acionada através do Brabender Do-corder com motor D.C., de variação contínua de velocidade, com as seguintes características:

- ◆ **Camisa com ranhuras internas, longitudinais e retilíneas:** apresenta 3 zonas distintas para temperatura. Estas zonas são aquecidas por resistência elétrica e a temperatura controlada por termopares, inseridos nas diferentes zonas e ligadas a um registrador. Contém outros dispositivos, como circulação de água fria na primeira zona e de ar comprimido na segunda e terceira zonas, evitando elevações de temperatura, provocadas pelo atrito;
- ◆ **Rosca sem fim:** com 380 mm. de comprimento por 19 mm de diâmetro, taxa de compressão de 3:1 e passo unitário;
- ◆ **Dinamômetro Do-Corder:** acoplado ao extruso , para controlar a velocidade do parafuso;
- ◆ **Registrador de torque do eixo do motor:** Para acompanhar as mudanças no valor de torque durante o processo, através de gráficos.
- ◆ **Alimentador:** instalado na parte inicial e superior da camisa, tipo cônicoo, provido de parafuso alimentador com velocidade variável;
- ◆ **Matriz cilíndrica:** com diâmetro de 4 mm, fixada na extremidade da camisa.

##### **3.2.1.2. CONDICIONAMENTO DAS AMOSTRAS**

A polpa de laranja lavada proveniente da extração do suco (90% de umidade), foi prensada ( $4000 \text{ kg/cm}^2$ ) para remover inicialmente a água até níveis de 85%, e em seguida foi seca em estufa com circulação de ar a  $80^\circ\text{C}$ , distribuídas em bandejas a razão de  $6 \text{ kg/m}^2$ , durante 12,0 horas, até atingir o nível de 9,0% de umidade (AGUIRRE & TRAVAGLINI, 1987). A seguir, as amostras foram moídas, em moinho de facas e logo após em moinho de rolos até

tamanhos de partículas menores de 1,190 mm. Posteriormente, foram condicionadas, adicionando-se água suficiente para atingir o nível desejado de umidade, de acordo com o delineamento experimental. A homogeneização foi realizada num misturador de alta velocidade (100rpm), marca OSTER, durante 10 minutos. O material condicionado foi então colocado em sacos de polietileno, permanecendo estocado por 12 horas a 10°C antes de ser processado.

A quantidade de água destilada necessária para atingir a umidade requerida em cada um dos casos, foi calculada após a determinação da umidade inicial do material, utilizando a seguinte relação:

$$Q = [(100 - U_i) / (100 - U_f)] \times m$$

Onde:

$Q$  = quantidade de água à adicionar (mL);

$U_i$  = umidade inicial do material;

$U_f$  = umidade final desejada;

$m$  = massa (g) de material a ser considerado.

### **3.2.1.3. PROCESSAMENTO**

A extrusão de cada amostra foi iniciada quando as diferentes zonas do extrusor atingiram as temperaturas determinadas, e sofreram variação conforme as condições estabelecidas no delineamento estatístico. A coleta das amostras extrusadas só foi iniciada após a estabilização do torque do equipamento.

As variáveis independentes testadas foram: temperatura de extrusão, umidade da matéria prima, e velocidade de rotação da rosca, segundo os níveis e combinações apresentados no delineamento experimental. Em todos os casos, a velocidade de alimentação foi mantida constante (70g/min).

Após a extrusão, as amostras foram secas em estufa com circulação de ar, à temperatura de 80°C por 12 horas (ARTZ *et al*, 1990); seguidamente moídas com moinho de rolos marca "Brabender" e peneiradas até tamanho de partícula menores que 0,420 mm. Finalmente estocadas em sacos de polietileno.

### **3.2.1.4. DELINEAMENTO EXPERIMENTAL PARA EXTRUSÃO**

Para estudar os efeitos da temperatura (°C); umidade da matéria prima (%) e velocidade de rotação da rosca (rpm), foi utilizado o delineamento central rotacional composto (BOX & WILSON, 1951). As variáveis foram estabelecidas com três níveis codificadas como -1, 0, +1. Os valores reais correspondentes a estes níveis aparecem na tabela 4 e foram calculados de acordo com a seguinte equação:

$$x_i = (X_i - Y) / \Delta X_i$$

Onde:

$x_i$  = valor codificado da variável  $X_i$ ;

$X_i$  = valor real da variável;

$Y$  = valor real da variável no ponto central;

$\Delta X_i$  = módulo de diferença entre dois valores consecutivos.

Esse delineamento apresenta ainda dois níveis de variáveis axiais codificados como  $-\alpha$  e  $+\alpha$ . O valor de  $\alpha$  é função do número de variáveis independentes ( $k = 3$ , no caso), sendo definida pela seguinte equação:

$$\alpha = (2^k)^{1/4} = (2^3)^{1/4} = 1,682.$$

As faixas de variação entre o limite inferior e o superior de cada variável foram estabelecidos a partir de testes preliminares.

O delineamento estatístico requer um número mínimo de tratamentos. Neste experimento, foram usados 20 tratamentos, sendo oito fatoriais (combinações entre os níveis -1 e +1), seis axiais (uma variável no nível  $\pm \alpha$  e duas em 0) e seis centrais (as três variáveis no nível 0). Os pontos centrais de nível zero servem para estimar o erro experimental e determinar a precisão da equação polinomial (COCHRAN & COX, 1964).

Na tabela 4, apresentam-se os valores codificados e reais do delineamento experimental central rotacional composto para três variáveis independentes e cinco níveis de variação. As respostas ( $y$ ) ou variáveis dependentes estudadas para cada experimento foram: Fibra alimentar insolúvel (FAI); Fibra alimentar solúvel (FAS); Fibra alimentar total (FAT); Pectina total (PT); Pectina solúvel (PS); Densidade aparente (D. Ap.); Índice de absorção de água (IAA); Índice de absorção de óleo (IAO); Índice de solubilidade em água (ISA); Volume de intumescimento (VI); Viscosidade aparente (V. Ap.); Parâmetros da cor: luminosidade ( $L^*$ ); Coordenada de

cromaticidade ( $a^*$ ); Coordenada de cromaticidade ( $b^*$ ); Diferença da cor ( $\Delta E^*$ ) das amostras extrusadas a partir das componentes  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$ .

**TABELA 4.** Níveis das variáveis independentes a serem estudadas no processo de extrusão

VARIÁVEIS	NÍVEIS				
	$-\infty = -1,682$	-1	0	+1	$+\infty = +1,682$
X <sub>1</sub>	83	100	125	150	167
X <sub>2</sub>	21,6	25	30	35	38,4
X <sub>3</sub>	126,38	140	160	180	193,62

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

X<sub>1</sub> = Temperatura (°C); X<sub>2</sub> = Umidade da matéria prima (%); X<sub>3</sub> = Velocidade de rotação da rosca (rpm);  $\alpha = 1,682$ .

**TABELA 5.** Delineamento experimental central rotacional composto para três variáveis e cinco níveis utilizado no processo de extrusão

Número do Experimento	Níveis codificados das variáveis		
	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>3</sub>
01	-1	-1	-1
02	+1	-1	-1
03	-1	+1	-1
04	+1	+1	-1
05	-1	-1	+1
06	+1	-1	+1
07	-1	+1	+1
08	+1	+1	+1
09	0	0	0
10	0	0	0
11	0	0	0
12	0	0	0
13	0	0	0
14	0	0	0
15	-1,682	0	0
16	+1,682	0	0
17	0	-1,682	0
18	0	+1,682	0
19	0	0	-1,682
20	0	0	+1,682

Diariamente foram executados quatro experimentos em forma aleatória, durante cinco dias.

### **3.2.1.5. OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE EXTRUSÃO**

#### **3.2.1.5.1. OTIMIZAÇÃO DA RESPOSTA GLOBAL DURANTE O PROCESSO DE EXTRUSÃO, EM FUNÇÃO DAS RESPOSTAS OBSERVADAS (ROG)**

Com a finalidade de identificar a área experimental que permitiria maximizar as propriedades estudadas: Fibra alimentar solúvel (FAS); Teores de pectina total (PT); pectina solúvel(PS); Índice de absorção de água (IAA); Índice de solubilidade em água (ISA); Volume de intumescimento (VI); Viscosidade aparente (V. Ap.); e minimizar: Fibra alimentar insolúvel (FAI); Índice de absorção de óleo (IAO), foi estabelecida uma nova variável dependente, com base nos modelos desenvolvidos por SILVA & BORSATO (1985). A expressão matemática dessa função resposta global foi:

$$\text{RGO} = (\text{FAS}) \cdot (\text{PS}) \cdot (\text{PT}) \cdot (\text{IAA}) \cdot (\text{ISA}) \cdot (\text{VI}) \cdot (\text{V. Ap.}) / (\text{FAI}) \cdot (\text{IAO})$$

*Onde:*

RGO = Função resposta global, representa a otimização das multirespostas; FAS = fibra alimentar solúvel; PS = teor de pectina solúvel; PT = pectina total; IAA = Índice de absorção de água; ISA = índice de solubilidade em água; VI = volume de intumescimento; V. Ap. = viscosidade aparente; FAI = Fibra alimentar insolúvel; IAO = Índice de absorção de óleo

#### **3.2.1.5.2. OTIMIZAÇÃO DA RESPOSTA NO PROCESSO DE EXTRUSÃO EM FUNÇÃO DO USO NA ELABORAÇÃO DE BISCOITOS “COOKIES” (ROB)**

Foi realizada com a finalidade de maximizar os conteúdos de: Fibra alimentar solúvel (FAS); Índice de solubilidade em água (ISA); Pectina solúvel (PS); Índice de absorção de óleo (IAO) e viscosidade aparente (V. Ap.). Assim mesmo o processo de otimização tem por objetivo diminuir os conteúdos de: Fibra alimentar insolúvel (FAI); Índice de absorção de água (IAA); volume de intumescimento (VI) e pectina total (PT).

$$\text{ROB} = (\text{FAS}) \cdot (\text{ISA}) \cdot (\text{PS}) \cdot (\text{IAO}) \cdot (\text{V. Ap.}) / (\text{FAI}) \cdot (\text{IAA}) \cdot (\text{VI}) \cdot (\text{PT})$$

Para que as respostas se situassem na mesma faixa de variação, foi utilizado o logaritmo de cada uma das variáveis consideradas para a resposta global otimizada (RGO), enquanto que para a resposta global em função de uso na elaboração de biscoitos (ROB), foi utilizada a raiz quadrada de cada uma das variáveis.

Posteriormente, os resultados foram analisados de acordo com o item 3.2.3.8.1, para desenvolver um modelo matemático de primeira ou segunda ordem, que representasse no diagrama de superfície as áreas experimentais onde as máximas e mínimas respostas fossem obtidas simultaneamente.

### ***3.2.2. FORMULAÇÃO DE BISCOITOS TIPO "COOKIE" COM ADIÇÃO DE FIBRA DE POLPA DE LARANJA MODIFICADA POR EXTRUSÃO***

#### ***3.2.2.1. ELABORAÇÃO DOS BISCOITOS***

Farinha de trigo suplementada com polpa de laranja extrusada foi utilizada para elaboração de três formulações de biscoitos tipo "cookie" contendo diferentes proporções de polpa de laranja extrusada (5, 15, 25%). Uma formulação controle, sem adição de polpa de laranja, foi também elaborada e utilizada nesta etapa do estudo (tabela 6).

Os biscoitos foram produzidos por modificação da formulação padrão de "Sugar-snap cookie" método 10-50D, descrita pela AACC (1995). A massa foi processada em batedeira elétrica Hobart C-100. Inicialmente a gordura vegetal hidrogenada, açúcar, sal, fermento químico, leite em pó, polpa de laranja e lecitina de soja foram misturados por três minutos a baixa velocidade (Nº2), raspando as bordas cada minuto. A seguir foi adicionada água destilada e misturada à massa a baixa velocidade (Nº2) por um minuto, aumentando a velocidade média (Nº3) por um minuto. Após adição de toda a farinha, a massa foi misturada em velocidade baixa (Nº2) por dois minutos. Após a mistura a massa foi dividida em pequenas porções, laminada com laminador elétrico e moldada com auxílio de molde circular, descartando-se o excesso.

A massa moldada foi então colocada em fôrmas previamente acondicionadas com gordura vegetal hidrogenada e a seguir transportadas para o forno. O tempo e temperatura de cozimento dos biscoitos foi de 7 a 15 minutos, a 200°C. Após cozimento, os mesmos foram retirados das formas e deixado para resfriar a temperatura ambiente, acondicionados em pequenos sacos de

polietileno; estes por sua vez foram selados e acondicionados em sacos maiores de polietileno de alta densidade, e então conservados numa caixa de papelão lacrada, até o momento das análises.

**TABELA 6.** Elaboração de biscoitos tipo “cookies” com adição de diferentes porcentagens de polpa de laranja extrusada

<b>Ingredientes <sup>(a)</sup></b>	<b>FORMULAÇÕES</b>			
	<b>Controle</b>	<b>5% polpa</b>	<b>15% polpa</b>	<b>25% polpa</b>
Farinha de trigo	900,00	855,00	765,00	675,00
Amido de milho	225,00	213,75	191,25	168,75
Polpa de laranja extrusada	-----	56,25	168,75	281,25
Açúcar refinado	500,00	500,00	500,00	500,00
Gordura vegetal hidrogenada	337,50	337,50	337,50	337,50
Fermento químico	25,00	25,00	25,00	25,00
Leite em pó	22,00	22,50	22,50	22,00
Cloreto sódio	10,50	10,50	10,50	10,50
Lecitina soja	6,75	6,75	6,75	6,75
Água destilada <sup>(b)</sup>	200,00	250,00	325,00	450,00

<sup>(a)</sup> = g; <sup>(b)</sup> = mL.

### **3.2.3. DETERMINAÇÕES ANALÍTICAS**

#### **3.2.3.1. DETERMINAÇÕES ANALÍTICAS DA FARINHA DE TRIGO, POLPA DE LARANJA E POLPA EXTRUSADA**

##### **3.2.3.1.1. Umidade**

Foi determinada por dessecção em estufa, a 105°C, até peso constante, seguindo o método 44-15A da AACC (1995);

##### **3.2.3.1.2. Proteínas**

Foram avaliadas pela técnica de micro-Kjeldahl 46-13 da AACC (1995), utilizando o fator 6,25 para a polpa de laranja e 5,7 para a farinha de trigo;

### ***3.2.3.1.3. Lipídios***

Foram determinados pelo método de Soxhlet (30 – 10 da AACC, 1995), utilizando éter etílico como solvente; a seguir, as amostras foram colocadas em estufa a 105°C até peso constante.

### ***3.2.3.1.4. Cinzas***

Foram calculadas após calcinação da amostra em mufla a 550°C até peso constante segundo as recomendações do método 08-01 da AACC (1995).

### ***3.2.3.1.5. Fibra alimentar solúvel e insolúvel***

Foram determinadas através do método enzimático-gravimétrico (PROSKY *et al.*, 1988), com algumas modificações. Amostras dessecadas em duplicata foram tratadas com  $\alpha$ -amilase termorresistente (Sigma A-3306) e posteriormente submetidas à hidrólise com protease (Sigma P-3910) e amiloglicosidase (Sigma A-9913), para remoção de proteína e amido.

Após a hidrólise enzimática, a fibra alimentar insolúvel foi separada por filtração, e a fibra alimentar solúvel foi precipitada por meio de 4 volumes de etanol a 98%. A solução alcoólica foi então filtrada em lâ de vidro Merck (Art. 4986). Os resíduos e os precipitados em todos os casos foram lavados com etanol a 78%, etanol 95% e acetona, secos e pesados. As fibras insolúvel e solúvel foram corrigidas, devido à presença de proteínas e cinzas, e os resultados foram expressos em porcentagem.

### ***3.2.3.1.6. Fibra alimentar total***

Calculada como sendo a soma das fibras insolúvel e solúvel (GOURGUE *et al.*, 1994).

### ***3.2.3.1.7. Granulometria***

A distribuição do tamanho de partículas foi determinada no aparelho PRODUTEST, empregando 30 g de amostra, usando peneiras vibratórias de diferentes diâmetros de abertura, (20, 32, 35, 60, 80, 100 mesh e fundo) por 15 minutos (TOMA *et al.*, 1979).

### ***3.2.3.1.8. Diâmetro médio de partícula***

A determinação do diâmetro médio de partícula foi realizado pelo método descrito por HENDERSON & PERRY (1976), através da equação:  $D = 104,14 \times 2^{MF}$ , onde D= diâmetro médio de partícula (em micrômetro) e MF= módulo de finura (definido como a soma de peso das frações retidas em cada peneira dividido por 100, indicando a uniformidade de partícula no produto).

### ***3.2.3.2. DETERMINAÇÕES ANALÍTICAS DA POLPA DE LARANJA SEM EXTRUSAR E POLPA EXTRUSADA***

#### ***3.2.3.2.1. Celulose, hemicelulose e lignina***

Foram determinadas de acordo com as metodologias de VAN SOEST (1963), como Fibra detergente ácida (celulose e lignina), e VAN SOEST & WINE (1967), como Fibra detergente neutra (celulose, hemicelulose e lignina).

***Hemiceluloses:*** foram calculadas por diferença entre os valores obtidos para fibra detergente neutra e fibra detergente ácida.

***Celulose:*** calculada por diferença entre os valores obtidos para o resíduo detergente ácido e lignina.

***Lignina:*** foi separada da celulose, por meio de ácido sulfúrico a 72%, e quantificada gravimetricamente.

#### ***3.2.3.2.2 .Pectina total e pectina solúvel***

A extração foi realizada conforme indicado por AHMED & LABAVITCH (1977); e os ácidos urônicos, como estabelecido por BLUMENKRANTZ & ASBOE-HANSEN (1973).

#### ***3.2.3.2.3. Açúcares totais***

Foram determinados através do método colorimétrico orcinol-sulfúrico de TOLLIER & ROBIN (1979). A curva padrão foi feita com glicose, e a leitura, na absorbância de 420 nm.

### ***3.2.3.2.4. Microscopia ótica***

Amostras de polpa de laranja sem extrusar e polpa extrusada (145°C, 22% U., 126rpm) foram hidratadas em água destilada. Para efeito de contraste e análise histoquímica, foram coradas com soluções de: safranina, azul de toluiduina e lugol (GAHAN, 1948). Após coloração, as amostras foram colocadas sobre peneira de tecido, lavadas para retirar o excesso de corante e montadas diretamente em lâmina contendo glicerol como meio de transporte. As lâminas foram recobertas com lamínulas, observadas ao fotomicroscópio e micrografadas com filme colorido de 35 mm, Asa 100.

### ***3.2.3.2.5. Microscopia eletrônica de varredura.***

As amostras foram estocadas com sílica, a 35°C durante 10 dias, para retirar a umidade residual. Depois, colocadas sobre suporte apropriado, metalizadas com ouro em alto vácuo e examinadas ao microscópio eletrônico de varredura Jeol J-SM, 5800 LV com 15 Kv de aceleração (ARTZ, *et al* 1990).

### ***3.2.3.2.6. Difratometria de raios X***

As modificações da cristalinidade das amostras foram estudadas pelo método de difração de raios-X (ARTZ *et al.*, 1990). Os difratogramas foram obtidos utilizando um difratômetro PHILIPS PW 1170, radiação de cobre  $\lambda_{\text{cuka}} = 1,54056\text{\AA}$ , dotado de monocromador de feixe secundário de grafite. As condições operacionais foram: 40kv, 30 mA, tamanho de passo = 0,02°, tempo de detecção de 5 s e intervalo de medida de 0 a 30°.

As determinações difratométricas na fibra da polpa de laranja extrusada e não extrusada foram realizadas nas frações de sólidos insolúveis em álcool, obtidas conforme indicado por GOURGUE *et al.* (1994). Foram utilizadas as seguintes amostras: (a) polpa não extrusada; (b) polpa extrusada (145°C, 22%U, 126rpm); (c) polpa extrusada (167°C, 30%U, 160 rpm); (d) polpa extrusada (125°C, 38%U, 160 rpm).

Para estudar os efeitos de algumas substâncias químicas na cristalinidade da fibra da polpa extrusada e sem extrusar, foram realizados difratogramas em amostras de fibra detergente neutro (VAN SOEST & WINE, 1967), e em amostras de pectina, previamente isoladas por extração com solução de ácido clorídrico (McCREADY, 1952).

### **3.2.3.3. DIGESTIBILIDADE DO AMIDO "IN VITRO"**

Realizada segundo a metodologia estabelecida por GOURGUE *et al.* (1992). Amido de batata (99,4% de pureza, Merck), determinado após solubilização com dimetilsulfóxido a 110°C, seguido por hidrólise com amiloglucosidase (Merck 100 UI/mg), foi usado como fonte de amido. Glicose foi dosada pelo método de glicose oxidase (FLEMING & PEGLER, 1963).

2 g de amido previamente gelatinizado com água e calor foram misturados num frasco de *erlenmeyer* contendo sólidos insolúveis em álcool da polpa de laranja (SIA), em proporção 10:2,5 amido/ fibra alimentar total. A seguir, um volume de tampão tris maleato 0,1M (pH 7) foi adicionado para obter uma mistura a 8% (p/v) correspondente à concentração da luz intestinal (CHAMP *et al.*, 1988). Uma quantidade de  $\alpha$ - amilase pancreática porcina (Sigma 165UI/g de amido) foi adicionada à suspensão, e agitada logo depois durante 150 min a 37°C com agitador horizontal. Seguidamente amostras de 1 mL foram extraídas a 0, 2, 5, 7, 10, 15, 20, 30, 45, 60, 90, 120, e 150 min, e colocadas em tubos de centrífuga de 50 mL, contendo 5 mL de uma solução de etanol 95°GL./ácido acético puro (100/1,5) (v/v). Os tubos foram tampados e deixados em repouso durante a noite a 0°C, e a seguir centrifugados por 10 min a 4000 x g. Dextrinas solúveis em álcool foram dosadas pelo método de orcinol-sulfúrico (TOLLIER & ROBIN, 1979). Finalmente a velocidade inicial (Vi), velocidade final (Vf) e a fração de amido facilmente hidrolisável (FH), foram calculadas como descrito por DELORT - LAVAL & MERCIER (1976). Amido de batata sem adição de fibra foi usado como referência.

### **3.2.3.4. ÍNDICE DE RETARDAMENTO NA DIFUSÃO DA GLICOSE**

Antes da determinação, foi necessário remover a glicose e outros açúcares livres ainda contidos nos sólidos insolúveis em álcool (SIA). Para isto, amostras de cada uma das fibras de polpa de laranja foram previamente dialisadas em água destilada; em seguida, os sólidos foram precipitados com 4 volumes de etanol 95%, deixados em repouso durante a noite à temperatura ambiente, e filtrados com cadinho Milipore G2. O material precipitado foi lavado seqüencialmente com etanol absoluto, acetona e éter, e seco em estufa (40°C, 24 horas). O resíduo foi utilizado para determinar o índice de retardação na velocidade de difusão da glicose.

Como estabelecido por ADIOTOMRE *et al.*, (1990), sacos de diálise de 10cm de comprimento foram preenchidos com 6 mL de uma solução contendo 1,0 g de azida de sódio/L e

36 mg de glicose (controle), ou com a adição de 0,2 gramas de fibra de cada um dos tratamentos, previamente hidratada em solução de azida de sódio por 14 horas. Cada saquinho foi então suspenso em 100 mL da solução contendo 1g. de azida de sódio/L e colocado em agitação a 37°C durante 60 minutos. A 30 e 60 minutos, amostras de 2 mL foram extraídas para análise de glicose pelo método de glicose oxidase (FLEMING & PEGLER, 1963).

### **3.2.3.5. DETERMINAÇÃO DA MASSA MOLECULAR MÉDIA (PM)**

Com a finalidade de avaliar o efeito da extrusão na estrutura da fibra da polpa de laranja, especificamente nas substâncias pécticas, foram calculadas as massas moleculares médias das amostras de pectina previamente isoladas conforme descrito por McCREADY (1952).

As determinações foram realizadas através das medidas de viscosidade intrínseca (CHRISTENSEN, 1954), usando um viscosímetro Canon Fenske Nº 50, mantido em banho de água a 25°C. Para o efeito, foram realizadas medidas de tempo de fluxo (s) do solvente (hexametafosfato de sódio 1,0%) e das amostras em solução, previamente preparadas em concentrações de: 0,5; 0,25; 0,125; e 0,0625 g/100mL.

As viscosidades intrínsecas foram obtidas por extrapolação da viscosidade reduzida e inerente à concentração igual a zero. O cálculo da massa molecular é determinada pela seguinte equação:

$$[\eta_0] = K M^a$$

Onde:

$[\eta_0]$  = viscosidade intrínseca (ml/g);

K = constante ( $4,7 \times 10^5$ );

M = massa molecular (dálton);

a = constante (1).

### **3.2.3.6. PROPRIEDADES FÍSICAS DA POLPA DE LARANJA SEM EXTRUSAR E POLPA EXTRUSADA**

#### **3.2.3.6.1. Densidade aparente (D. ap.)**

Foi calculada a partir dos dados obtidos da média de três determinações de peso e volume das amostras de polpa de laranja correspondentes a cada um dos tratamentos, usando-se a seguinte equação, de acordo com HIMADRI *et al.* (1992):

$$D. Ap. = M(1 - w / 100) / V - M(w / 100).$$

Sendo que:

D. Ap. = Densidade aparente

M = massa da amostra;

V = volume ocupado pela amostra;

w = umidade da amostra.

#### **3.2.3.6.2. Índices de absorção de água (IAA) e de Solubilidade em água (ISA).**

Foram determinados pelo método descrito por ANDERSON *et al.* (1969), com pequenas modificações. Amostras de 1,0g de polpa de laranja em duplicata foram suspensas em 25 mL de água a 30°C, em tubos de centrífuga de 50mL, previamente pesados, submetidas logo a agitação constante por 30 min e centrifugadas a 2500 x g por 10 min. O sobrenadante líquido de cada tubo foi cuidadosamente transferido para uma placa de petri de peso conhecido, e o tubo contendo polpa foi pesado. O índice de absorção de água foi obtido pela divisão do peso da polpa hidratada pelo peso da amostra seca e expresso em g água/g matéria seca. O sobrenadante obtido anteriormente colocado em placa de petri, foi levado à evaporação em estufa a 105°C até peso constante. O ISA foi obtido pela divisão do peso dos sólidos secos recuperados por evaporação pelo peso da amostra. Os resultados foram expressos em porcentagem.

#### **3.2.3.6.3. Índice de absorção de óleo (IAO)**

Determinado por modificação do método de ANDERSON *et al.* (1969). Amostras contendo 1,0g de polpa de laranja, em duplicata, foram suspensas em 25 mL de óleo de girassol a 25°C, em tubos de centrífuga de 50 mL, previamente pesados, com agitação permanente durante

30 min., e centrifugados a 2500 x g por 10 min. O líquido sobrenadante de cada amostra foi descartado, e o índice de absorção de óleo, obtido pela divisão do peso do resíduo insolúvel pelo peso da amostra seca, foi expresso em g óleo/g amostra seca.

#### **3.2.3.6.4. Volume de intumescimento (VI)**

Realizado de acordo com a metodologia estabelecida por GOULD *et al.* (1989), misturando 1,0g de amostra com um excesso de água destilada em proveta de 50 mL. A suspensão foi agitada de modo intermitente por várias horas para atingir uma completa hidratação da amostra, logo após deixada em repouso durante a noite. O volume ocupado pela amostra na proveta foi denominado volume de intumescimento, e expresso como mL/g matéria seca.

#### **3.2.3.6.5. Viscosidade aparente (V. Ap.)**

A viscosidade aparente foi determinada com **Reômetro Brookfield**, provido de *spindle SC<sub>4</sub> – 18* acoplado a um microcomputador, com auxílio da programação UNSAVED. Amostra de 1,0g de sólidos insolúveis em álcool foram suspensas em 25 mL de uma solução 154 mM de cloreto de sódio. A suspensão foi agitada em forma permanente durante 30 min. à temperatura ambiente, centrifugada a 3500 x g por 10 min e, em seguida, filtrada em papel Whatman N° 41. Aliquotas do sobrenadante foram utilizadas para determinação da viscosidade a 37°C (GOURGUE *et al.*, 1992).

#### **3.2.3.6.6. Cor**

Determinado em colorímetro Minolta com iluminante C (luz do dia) e ângulo de 2°, sendo feitas 3 leituras na amostra. Os resultados apresentados utilizando o sistema CIELAB são as médias dos valores de: L\*, a\*, b\* (medidos) e ΔE\* (calculada).

O sistema da cor L\* a\* b\* foi definido pela Comissão Internacional de Iluminação (CIE) em 1976. Neste sistema, L\* indica luminosidade, a\* e b\* são coordenadas de cromaticidade que indicam direções de cor: +a\* na direção do vermelho, -a\* na direção do verde, +b\* na direção do amarelo e -b\* na direção do azul. O centro do diagrama é acromático; à medida em que os valores de a\* e b\* aumentam e o ponto move-se para fora partindo do centro, a saturação da cor

aumenta (MINOLTA, 1994). A diferença de cor ( $\Delta E^*$ ) foi calculada pela equação:  $\Delta E^* = [(\Delta L^*)^2 + (\Delta a^*)^2 + (\Delta b^*)^2]^{1/2}$ .

Onde:

$\Delta L^*$ ,  $\Delta a^*$  e  $\Delta b^*$  representam a diferença nos valores de  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$ , respectivamente, entre amostra e padrão. O padrão usado no presente trabalho foram as leituras da polpa de laranja controle (sem extrusar).

### **3.2.3.7. DETERMINAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DOS BISCOITOS**

#### ***3.2.3.7.1. Expansão (d/e)***

Calculada de acordo com o método 10-50 AACC (1995), como sendo a relação entre o diâmetro médio de 6 biscoitos e a espessura média dos mesmos (mm).

#### ***3.2.3.7.2. Volume específico***

Foi calculado pela relação Volume/Peso, e a expressão dos resultados em mL/g, utilizando-se a média aritmética das medidas de 6 biscoitos.

O volume dos biscoitos foi determinado por deslocamento de sementes de painço, em cada unidade individual de biscoito. Utilizou-se um funil, apoiado em tripé, para que o painço caísse com velocidade constante sobre o copo localizado logo abaixo, onde o biscoito foi colocado transversalmente sobre a metade do volume previamente preenchido com painço.

#### ***3.2.3.7.3. Gradiente de umidade do biscoito***

Os biscoitos assados e resfriados foram submetidos a cortes circulares concêntricos, e a seguir foram realizadas as análises de umidade da parte central e do anel externo, pelo método da estufa a 105°C. O gradiente de umidade foi determinado pela diferença de umidade entre as duas partes.

### 3.2.3.7.4. Dureza

A dureza dos biscoitos foi realizada em Texture Analyser TA-XT2, utilizando-se a plataforma como cobertura especial com abertura circular, componente acessório do aparelho. O biscoito sendo testado foi encaixado sobre a abertura e o teste conduzido utilizando "probe" esférico em aço *inox* de 1/2" de diâmetro com velocidade de 3 mm/s. Os resultados correspondem à média de 6 determinações.

### 3.2.3.8. MÉTODOS ESTATÍSTICOS

#### 3.2.3.8.1. Análise de superfície de resposta

Para análise do efeito combinado das variáveis independentes ( $X_1$ ,  $X_2$ ,  $X_3$ ) nas respostas avaliadas ( $y_i$ ), empregou-se a metodologia de superfície de resposta (BOX & DRAPER, 1987).

As médias dos dados de cada um dos 20 ensaios para cada resposta foram tratados por análise de regressão múltipla, para desenvolver modelos matemáticos de primeira ou segunda ordem contendo os termos lineares, quadráticos e de interações das três variáveis independentes, com o emprego da programação SAS for Windows (THE SAS SYSTEM, 1992) em computador Metron 300 MH.

A significância dos modelos foi testada por análise de variância. Na ANOVA, foi observada a significância da regressão e da falta de ajuste, a 95% de confiança, pelo teste F, e também foi analisado o coeficiente de determinação ( $R^2$ ).

O valor de  $R^2$  indica que quanto maior é seu valor (mais próximo de 100%) melhor terá sido o ajuste do modelo aos dados observados (BARROS NETO *et al.*, 1995).

A falta de ajuste de um modelo pode indicar uma ou ambas das seguintes causas:

1. O modelo não tem número suficientes de termos, ou seja, fatores que afetariam a resposta foram omitidos.
2. A omissão de termos de maior ordem, envolvendo os fatores no modelo proposto, que são necessários para explicar adequadamente o comportamento da resposta (KHURI & CORNELL, 1987).

O modelo, para ser considerado preditivo para descrever determinada característica na região analisada, deve apresentar regressão significativa ao nível de 95% de confiança, falta de ajuste não significativo no mesmo nível de confiança e alto valor de  $R^2$  (mais próximo de 1 ou 100 %). Porém, pode ocorrer do modelo apresentar regressão significativa, alto valor para  $R^2$  e falta de ajuste significativa. Uma alternativa seria a dada por WASZCZYNSKYJ *et al.* (1981), que sugeriu analisar o quadrado médio do erro puro. Se ele apresentar valores extremamente baixos, o teste de significância pode ser considerado irrelevante. Estes autores fizeram então uma análise de variância modificada, para confirmar a significância da regressão. Esta ANOVA modificada consistiu em usar o quadrado médio da falta de ajuste ao invés do quadrado médio do resíduo, para calcular o valor de F da regressão. O procedimento de ANOVA modificada foi utilizada neste trabalho para comprovação da significância dos modelos correspondentes às coordenadas de cromaticidade:  $a^*$  e  $b^*$ .

Após a obtenção do modelo completo pelo procedimento PROC RSREG/SAS, quando este apresentou algum parâmetro não significativo ao nível de 95% de confiança, foi feito o procedimento de ajuste pelo PROC GLM/SAS, onde foram colocados os termos significativos a um nível de 5% de probabilidade. Os gráficos tridimensionais correspondentes aos modelos escolhidos foram elaborados a partir dos modelos escolhidos correspondentes a cada uma das respostas, utilizando-se o pacote STATISTICA FOR WINDOWS 5.0 (1995).

### **3.2.3.8.2. Análise sensorial (*Prova de Aceitação*)**

A análise sensorial dos biscoitos foi realizada no quinto dia após a elaboração. O grau de aceitação dos mesmos foi conduzido por quarenta e sete (47) consumidores, que avaliaram quanto gostaram ou desgostaram do produto, utilizando-se o método da escala hedônica de 9 pontos (STONE & SIDEL, 1985).

Os resultados foram avaliados através de: i) Médias de aceitação dos biscoitos em função de suas características de aparência, sabor, textura e aceitação global (de um modo geral). ii) Histograma de freqüência (grau de aceitação vs % de provadores).

## **4. RESULTADOS E DISCUSSÃO**

### **4.1. COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA POLPA DE LARANJA**

A tabela 7 apresenta a composição química da polpa de laranja.

**TABELA 7.** Composição Química da Polpa de Laranja.<sup>1</sup>

<b>COMPONENTES</b>	<b>QUANTIDADE (%)<sup>2</sup></b>
Proteínas <sup>4</sup>	9,79
Lipídios	2,43
Cinzas	2,66
Fibra alimentar total	74,87
Fibra alimentar insolúvel <sup>3</sup>	54,81
Fibra alimentar solúvel <sup>3</sup>	20,06
Açucares totais	9,27

<sup>(1)</sup> seca em estufa com circulação de ar (80°C x 12 horas)

<sup>(2)</sup> Valor expresso em base seca, média de três repetições

<sup>(3)</sup> Determinado pelo método de Prosky (1988)

<sup>(4)</sup> N x 6,25.

As possibilidades de utilização da polpa de laranja como matéria-prima para uso industrial ou de uso economicamente viável para outras finalidades estão relacionadas basicamente com o seu conteúdo de fibra alimentar.

Em comparação com outros resíduos agrícolas provenientes de frutas, foi observado que a polpa de laranja estudada contém alto teor de fibra alimentar total (74,87%), apresentando significativos teores de fibra insolúvel (54,81%) e fibra solúvel (20,06%). Este último componente é muito importante, desde que fibras solúveis, tem sido associadas à redução de glicose sanguínea e de colesterol sérico. Valores de fibra muito próximos a nossos resultados foram relatados por RIBEIRO (1996) na composição das fibras da polpa de laranja seca pelo processo Drum Dryer.

Os resultados apresentados para proteínas, cinzas, lipídios e açúcares totais (estes últimos determinados no extrato alcóolico) são similares aos reportados por: FOX (1980); AREAS (1994); RIBEIRO (1996); KESTERSON & BRADDOCK (1973). Entretanto, valores inferiores

de açúcares totais (6,39%) foram observados na polpa de laranja processada com secador pneumático (AGUIRRE & TRAVAGLINI, 1987).

As variações observadas por diferentes autores coloca em evidência que nem sempre há concordância entre os pesquisadores com relação à composição química dos produtos alimentícios; as possíveis fontes de tais variações são: o método de análise escolhido, a variedade, maturação e porção da fonte alimentar, bem como o tipo de secagem da polpa antes da análise de seus constituintes. Assim, EAKS & SINCLAIR (1980) relataram que os valores de proteínas, cinzas e lipídios eram menores em laranjas maduras, quando comparadas com laranjas verdes.

#### **4.2. COMPOSIÇÃO DA FIBRA ALIMENTAR DA POLPA DE LARANJA**

A tabela 8 mostra a composição da fibra de polpa de laranja.

**TABELA 8.** Composição da Fibra da Polpa de Laranja.<sup>1</sup>

COMPONENTES	QUANTIDADES (%) <sup>2</sup>
Fibra Detergente Neutra <sup>3</sup>	33,44
Fibra Detergente Ácida <sup>4</sup>	28,09
Celulose	25,32
Hemicelulose	5,35
Lignina	2,77
Substâncias pécticas <sup>5</sup>	35,45

(1) Seca em estufa com circulação de ar (80°C x 12 horas)

(2) Base seca, médias de duas repetições

(3) FDN (celulose + hemicelulose + lignina)

(4) FDA (celulose + lignina).

(5) Ácido anidourônico.

As quantidades de fibra detergente neutra (FDN) e fibra detergente ácida (FDA) apresentaram valores semelhantes aos reportados por AREAS (1994). Entretanto, menores valores de fibra detergente ácida (23,1%) foram observados por McCONNELL *et al.* (1974), para a porção comestível da laranja.

O valor de hemicelulose obtido neste trabalho (5,35%) mostrou concordância com os

resultados reportados por EAKS & SINCLAIR (1980) e AREAS (1994). Porém, um resultado superior (10,63 %) foi relatado por BRADDOCK & GRAUMLICH (1981). Os autores não especificaram se a determinação foi conduzida na polpa de laranja lavada. Provavelmente as sucessivas operações de lavagem sejam as causas das diferenças observadas.

Os valores de celulose e lignina foram muito próximos aos relatados por: MCCONELL *et al.* (1974); BRADDOCK & GRAUMLICH (1981); AREAS (1994). Entretanto, EAKS & SINCLAIR (1980) reportaram valores de 17,5% para a soma destes constituintes (celulose e lignina) determinados nas cascas de laranjas maduras variedade Valência, enquanto o valor foi incrementado para 21,4% em laranjas verdes.

FOX (1980), BRADDOCK & GRAUMLICH (1981) e AREAS (1994) também determinaram o teor de pectina total na polpa de laranja. Os pesquisadores verificaram conteúdos de 32,84%; 30,0% e 38,9%, respectivamente. Ao compararmos nossos resultados com os desses autores, podemos constatar (Tabela 8) que o teor de substâncias pécticas corresponde a 35,45%, indicando assim que nosso resultado tem similaridade com os reportados anteriormente.

#### **4.3. GRANULOMETRIA DA POLPA DE LARANJA**

A Tabela 9 contém os dados referentes à granulometria da polpa de laranja.

**TABELA 9.** Distribuição percentual do tamanho de partículas da polpa de laranja.<sup>(1)</sup>

<b>Mesh<sup>(2)</sup></b>	<b>Abertura (mm)</b>	<b>Fração (%)</b>
20	0,840	2,80
32	0,500	18,62
35	0,420	16,80
60	0,250	27,46
80	0,177	18,50
100	0,149	5,90
Fundo	< 0,149	10,76

<sup>(1)</sup> Seca em estufa com circulação de ar (80°C x 12 horas)

<sup>(2)</sup> Número de fios por polegada linear

A análise dos resultados permite observar que 62,88% das partículas ficaram retidas entre as peneiras de 32, 35, e 60 mesh sendo, portanto, constituídas, predominantemente, de partículas de tamanho médio (250 a 840 µm).

Por outro lado 35,16% das partículas ficaram retidas entre o fundo e a peneira de 80 mesh, sendo então constituídas por partículas de tamanho pequeno (< de 250 µm); apenas 2,80% ficaram retidas na peneiras de 20 mesh sendo, assim, constituídas de partículas de tamanho grande (> 840 µm).

#### **4.4. PROCESSAMENTO DE EXTRUSÃO DA POLPA DE LARANJA**

##### **4.4.1. EFEITO DAS VARIÁVEIS DE EXTRUSÃO NA COMPOSIÇÃO DA FIBRA ALIMENTAR E CONTEÚDOS DE PECTINA DA POLPA DE LARANJA**

Os resultados experimentais obtidos para a composição da Fibra Alimentar Insolúvel (**FAI**), Fibra Alimentar Solúvel (**FAS**), Fibra Alimentar Total (**FAT**), Conteúdos de Pectina Total (**PT**) e Pectina Solúvel (**PS**) de cada um dos tratamentos do processo de extrusão da polpa de laranja, são apresentados na tabela 10.

As análises de variância (ANOVA) para os modelos completos e ajustados são apresentados no anexos 1, 2, 3, 4 e 5. Os modelos de regressão ajustados e a significância das variáveis independentes para cada uma das respostas são mostrados na tabela 11.

###### **4.4.1.1. FIBRA ALIMENTAR INSOLÚVEL (FAI) E FIBRA ALIMENTAR SOLÚVEL (FAS)**

As análises de variância (ANOVA) dos modelos de regressão completos elaborados a partir dos resultados para fibra alimentar insolúvel (FAI) e fibra alimentar solúvel (FAS) indicados nos anexos 1 e 2, mostraram coeficientes de determinação de 0,9360 e 0,8075; as regressões foram significativas ( $p \leq 0,05$ ) e os resíduos não apresentam evidência de falta de ajuste. Porém, a regressão correspondente à FAS não é altamente significativa ( $F_c = 4,66$  e  $F_t = 3,02$ ). Este fato não autoriza a utilização do modelo com fins preditivos, já que, de acordo com o manifestado por BOX and WETZ (1973), para que uma regressão seja não apenas estatisticamente significativa, mas também útil com fins preditivos, o valor da razão  $MQ_R/MQ_t$  deve ser no mínimo de quatro a cinco vezes o valor de  $F_t$ ; esta condição não é satisfeita em nosso caso.

A partir dos modelos completos, eliminaram-se os coeficientes não significativos através do procedimento **PROG – GLM/SAS**, obtendo-se os modelos ajustados (Tabela 11).

As análises de variância correspondentes aos modelos ajustados (anexos 1 e 2) apresentaram uma pequena diminuição no valor do coeficiente de determinação para fibra alimentar insolúvel ( $R^2 = 0,9211$ ), mostrando assim um adequado ajuste aos dados experimentais. A regressão altamente significativa e a falta de ajuste não significativo indicam que o modelo pode ser utilizado para prever a resposta de FAI na região estudada.

**TABELA 10.** Efeito das condições de extrusão nos conteúdos de Fibra Alimentar e Pectina da polpa de laranja.

<b>ENSAIO</b>	<b>VARIÁVEIS INDEPENDENTES</b>			<b>RESPOSTAS</b>				
	<b>X<sub>1</sub></b>	<b>X<sub>2</sub></b>	<b>X<sub>3</sub></b>	<b>FAI</b> (%)	<b>FAS</b> (%)	<b>FAT</b> (%)	<b>PT</b> (%)	<b>PS</b> (%)
01	100	25	140	40,54	28,28	68,82	42,69	04,50
02	150	25	140	33,57	33,74	67,31	39,70	14,87
03	100	35	140	38,76	30,27	69,03	40,57	04,73
04	150	35	140	32,70	37,88	70,58	40,60	12,05
05	100	25	180	37,60	32,71	70,31	36,90	04,17
06	150	25	180	33,37	34,51	67,88	36,48	12,45
07	100	35	180	38,27	33,95	72,22	35,47	04,45
08	150	35	180	34,92	35,42	70,34	38,65	10,41
09	125	30	160	35,70	35,94	71,64	40,81	09,02
10	125	30	160	36,36	33,87	70,23	42,30	10,35
11	125	30	160	35,64	35,65	71,29	42,46	10,39
12	125	30	160	35,60	35,19	70,79	39,21	11,26
13	125	30	160	36,33	34,80	71,13	43,70	09,63
14	125	30	160	35,19	33,03	68,22	41,14	08,21
15	83	30	160	38,29	30,25	68,54	42,88	04,23
16	167	30	160	32,28	34,25	66,53	41,39	16,76
17	125	22	160	34,88	35,08	69,96	38,94	13,27
18	125	38	160	36,10	36,30	72,40	36,47	08,54
19	125	30	126	35,93	36,10	72,03	43,16	11,72
20	125	30	194	35,77	34,82	70,59	40,87	12,46
Polpa de laranja não extrusada				54,81	20,06	74,87	35,45	02,07

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

X<sub>1</sub> = temperatura de extrusão (°C); X<sub>2</sub> = umidade da matéria prima; (%) ; X<sub>3</sub> = rotação da rosca (rpm); FAI = fibra alimentar insolúvel; FAS = fibra alimentar solúvel; FAT = fibra alimentar total; PT = pectina total; PS = pectina solúvel.

**TABELA 11.** Modelos de regressão ajustados<sup>(1)</sup> e significância das variáveis independentes nos conteúdos de Fibra Alimentar e Pectina da polpa de laranja.

VARIÁVEIS DEPENDENTES	Média Das respostas	Desvio Padrão	R <sup>2</sup>	C.V. (%)	
FAI	35,8900	0,64	0,9211	1,7745	
FAS	34,1020	1,39	0,6913	4,0858	
FAT	69,9920	1,15	0,5796	1,6420	
PT	40,2195	1,58	0,6283	3,9180	
PS	9,6735	1,63	0,8282	16,8129	
<b>RESPOSTAS</b> <b>MODELOS DE REGRESSÃO AJUSTADOS<sup>1</sup></b>					
FAI. Y <sub>1a</sub> =	35,89 - 2,25x <sub>1</sub> + 0,68x <sub>1</sub> x <sub>3</sub> + 0,61x <sub>2</sub> x <sub>3</sub>				
	(0,14) (0,17) (0,23) (0,23)				
FAS Y <sub>2a</sub> =	34,87 + 1,69x <sub>1</sub> - 1,13x <sub>1</sub> <sup>2</sup> - 1,22x <sub>1</sub> x <sub>3</sub>				
	(0,40) (0,38) (0,36) (0,49)				
FAT Y <sub>3a</sub> =	70,79 + 0,87x <sub>2</sub> - 1,18x <sub>1</sub> <sup>2</sup>				
	(0,33) (0,31) (0,30)				
PT Y <sub>4a</sub> =	41,38 - 1,46x <sub>3</sub> - 1,69x <sub>2</sub> <sup>2</sup>				
	(0,45) (0,43) (0,41)				
PS Y <sub>5a</sub> =	9,67 + 3,88x <sub>1</sub> - 0,90x <sub>2</sub>				
	(0,36) (0,44) (0,44)				
Efeito das Variáveis Independentes	Níveis de Significância (P <0,05)				
	FAI	FAS	FAT	PT	PS
Intercepto Linear	0,0001*	0,0001*	0,0001*	0,0000*	0,0001*
X <sub>1</sub>	0,0001*	0,0004*	N.S.	N.S.	0,0001*
X <sub>2</sub>	N.S.	N.S.	0,0119*	N.S.	0,0564*
X <sub>3</sub>	N.S.	N.S.	N.S.	0,0102*	N.S.
Quadrático					
X <sub>1</sub> <sup>2</sup>	N.S.	0,0069*	0,0011*	N.S.	N.S.
X <sub>2</sub> <sup>2</sup>	N.S.	N.S.	N.S.	0,0032*	N.S.
X <sub>3</sub> <sup>2</sup>	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.
Interações					
X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.
X <sub>1</sub> X <sub>3</sub>	0,0001*	0,0243*	N.S.	N.S.	N.S.
X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>	0,0157*	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.

#### OBSERVAÇÕES GERAIS:

(1) Modelos de regressão Ajustados, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); FAI = fibra alimentar insolúvel; FAS = fibra alimentar solúvel; FAT = fibra alimentar total; PT = pectina total; PS =pectina solúvel; R<sup>2</sup> = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; P = probabilidade; X<sub>1</sub> =temperatura de extrusão (°C); X<sub>2</sub> = umidade da matéria prima (%); X<sub>3</sub> = velocidade da rosca (rpm); (\*) = significativo a nível de 95% de confiança, N.S.= não significativo.

O modelo ajustado correspondente à FAS apresentou uma maior queda no coeficiente de determinação ( $R^2 = 0,6913$ ), explicando apenas uma variação de 69,13% de um total de 93,88%. Embora esta equação apresente regressão altamente significativa e falta de ajuste não significativo, considera-se conveniente utilizá-la apenas no sentido de estabelecer a tendência de variação da resposta em função das variáveis independentes na região estudada, e não para predizer valores exatos do conteúdo de FAS, em virtude do baixo coeficiente de determinação experimentado.

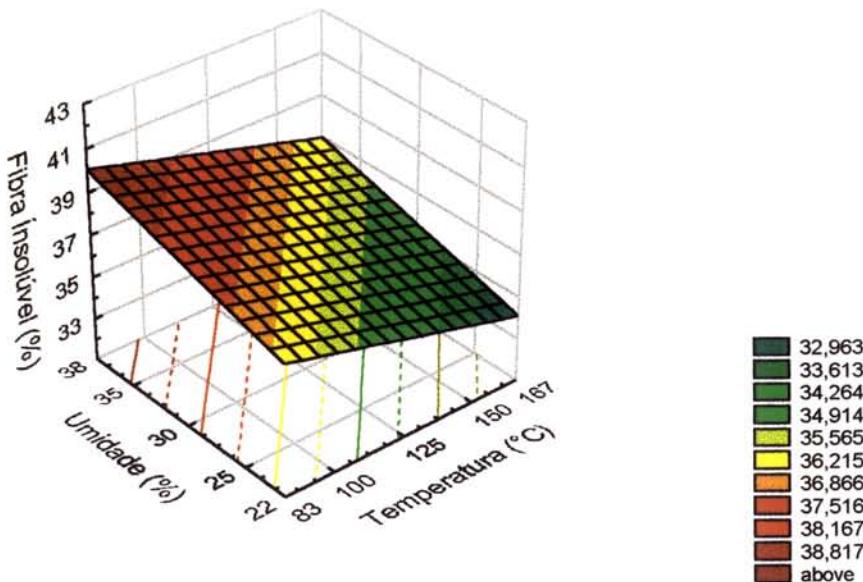
Uma explicação deste fato seria atribuída à imprecisão dos resultados, devido à natureza do método de análise utilizado; é possível que, de acordo com o relatado por vários pesquisadores (RALET *et al.*, 1991; GOURGUE *et al.*, 1994), parte dos constituintes da fibra tenham sido solubilizados em unidades pequenas e não tenham sido recuperados completamente durante a precipitação alcóolica, ocasionando erros na determinação.

De acordo com a análise de significância (Tabela 11), observa-se que o conteúdo de FAI da polpa de laranja extrusada foi influenciada significativamente pelo efeito linear da temperatura de extrusão ( $X_1$ ), efeitos de interações entre temperatura vs rotação da rosca ( $X_1.X_3$ ) e umidade de processo vs rotação da rosca ( $X_2.X_3$ ). Entretanto, os efeitos lineares e quadráticos da temperatura de extrusão ( $X_1$ ); ( $X_1^2$ ) e interação da temperatura vs rotação da rosca ( $X_1.X_3$ ) foram os fatores que influenciaram significativamente o conteúdo de FAS. Em ambos os casos, a variável de maior influência foi a temperatura ( $X_1$ ), seguida pelas interações de temperatura vs rotação da rosca ( $X_1.X_3$ ).

As figuras 2A, 2B e 2C apresentam os diagramas de superfície de resposta correspondentes aos modelos ajustados que mostram a variação do conteúdo de FAI em função das variáveis independentes.

Na figura 2A, observa-se que o conteúdo de FAI diminuiu com alta temperatura de extrusão e baixa umidade de processo quando a rotação da rosca foi máxima (194 rpm).

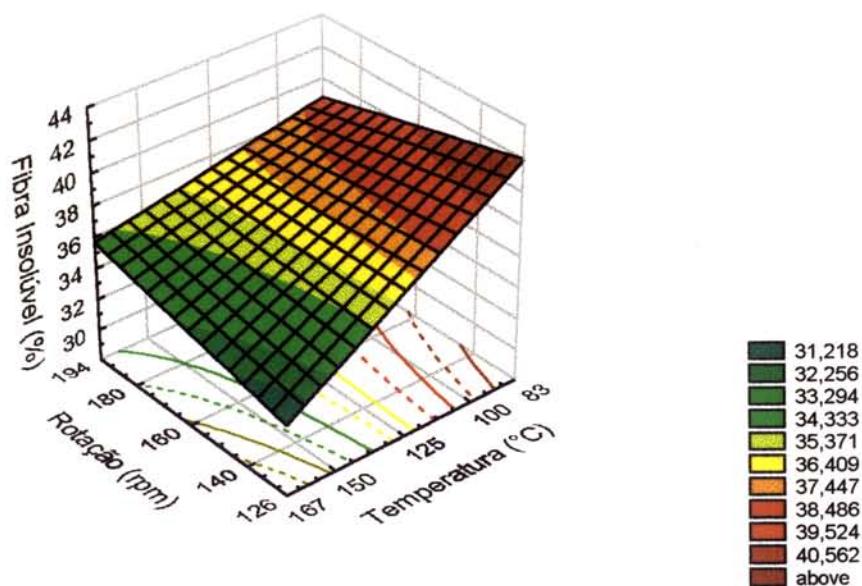
Na figura 2B, nota-se que, quando a umidade de processo foi fixada no ponto central (30%), os menores valores de FAI foram alcançados com altas temperaturas (maiores que 150°C) e maiores tempos de residência, determinados pelas menores velocidades de rotação da rosca (menor que 140 rpm).



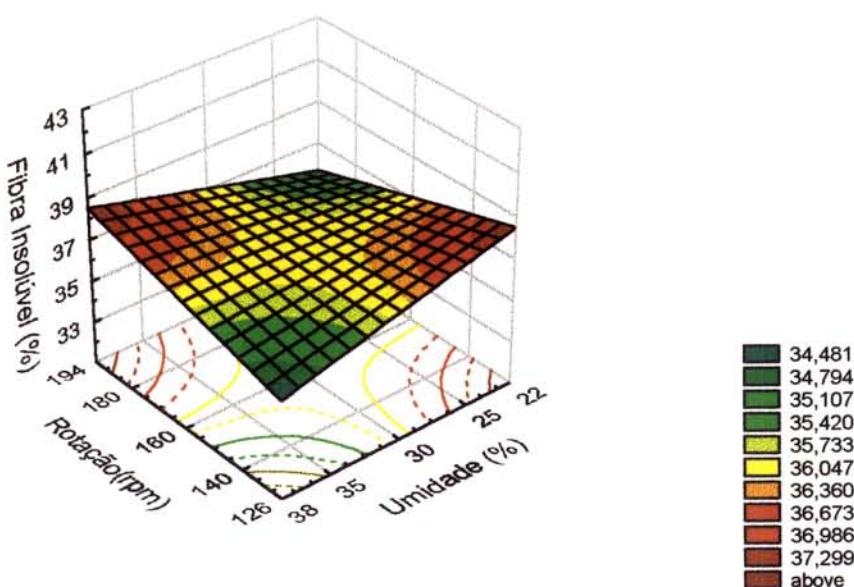
**Figura 2A.** Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima no conteúdo de fibra alimentar insolúvel (FAI) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 194 rpm).

Pela figura 2C, observa-se que, quando a temperatura foi fixada em 125°C, os menores valores de FAI foram evidenciados com maiores tempos de residência (baixa velocidade de rotação da rosca) e alta umidade de processo. Provavelmente nessas condições o tempo de residência seja suficiente para promover a solubilização dos constituintes da fibra por efeito da temperatura. Este mesmo comportamento foi evidenciado com baixa umidade da matéria-prima e alta velocidade de rotação da rosca.

Os valores de FAI obtidos em cada um dos tratamentos por extrusão (32,28 – 40,54%) foram inferiores quando comparados com polpa de laranja não extrusada (54,81%). Isto era esperado, já que pesquisas anteriores relataram a ocorrência de uma redistribuição da fibra insolúvel para fibra solúvel durante o processo de extrusão, ocasionando diminuições nos níveis de fibra insolúvel. Ao contrário, os teores de fibra solúvel foram evidentemente incrementados (RALET *et al.*, 1991; RALET *et al.*, 1993; BJÖRCK *et al.*, 1984).



**Figura 2B.** Efeito da temperatura de extrusão e velocidade de rotação da rosca no conteúdo de fibra alimentar insolúvel (FAI) da polpa de laranja (com umidade de 30%).



**Figura 2C.** Efeito da umidade da matéria-prima e velocidade de rotação da rosca no conteúdo de Fibra alimentar insolúvel (FAI) da polpa de laranja (com temperatura de 125  $^{\circ}\text{C}$ ).

WANG *et al.* (1993) reportaram diminuições nos conteúdos de FAI em amostras de farinha de trigo e farelo de trigo após processamento de extrusão. FORNAL *et al.* (1987) relataram ter observado uma diminuição no teor de FAI em misturas extrusadas de trigo e cevada, com consequente incremento no conteúdo de fibra solúvel. Os pesquisadores acreditaram que este efeito seria o resultado da quebra de ligações covalentes e não covalentes entre carboidratos e proteínas associados à fibra, resultando em menores fragmentos moleculares, que seriam mais solúveis.

GOURGUE *et al.* (1994) extrusaram cascas de laranja e limão sob variadas condições de processo, e notaram que, após processamento, os conteúdos de FAI abaixaram de 54,00% a 39,17%, no caso da laranja, e de 47,94% a 33,66% para o limão.

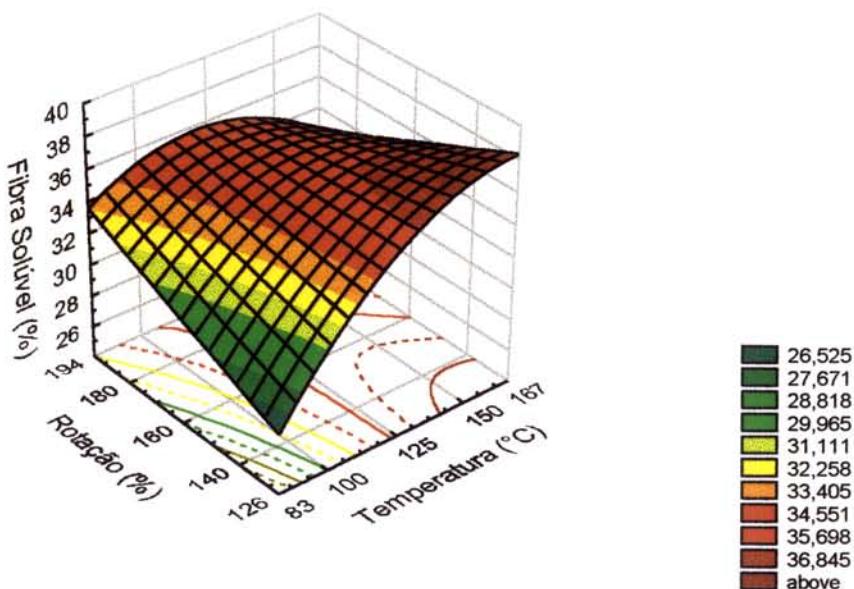
A figura 3 mostra o diagrama de superfície de resposta gerado a partir do modelo matemático ajustado correspondente ao conteúdo de fibra alimentar solúvel (FAS) em função da temperatura de extrusão ( $X_1$ ) e velocidade de rotação da rosca ( $X_3$ ) para um conteúdo de umidade fixado no ponto central (30%). Observa-se pelo diagrama, que os maiores valores de FAS foram obtidos com temperaturas maiores que 140°C e velocidades de rosca menores que 140 rpm; desta maneira, a solubilização da fibra foi favorecida pelo maior tempo de residência. Este incremento no conteúdo de FAS seria ocasionada por uma parcial solubilização da FAI, sem chegar a uma completa degradação da estrutura polimérica.(RALET *et al.*, 1991)

Nossos resultados são concordantes com os reportados por ANDERSON & CLYDESDALE (1980); ROBERSTON & EASTWOOD (1981); BJÖRCK *et al.*, (1984); CAPREZ *et al.*, (1986); SILJESTROM *et al.*, (1986); RALET *et al.*, (1991); os mesmos apontaram que, após processamento de extrusão, os valores de FAS geralmente apresentam valores incrementados.

GOURGUE *et al.* (1994) indicaram que o processamento por extrusão ocasionou mudanças nos conteúdos de FAS das cascas de laranja e limão; os valores foram incrementados de 10,19 a 22,46%, no caso de laranjas, e de 28,09 a 37,67% para limão.

A solubilização da fibra alimentar parece depender das condições de processo e do método de análise utilizado. Assim, em produtos de trigo processados com alta velocidade de alimentação e curto tempo de residência (alta velocidade de rotação da rosca), a solubilização foi pouco evidente (BJÖRCK *et al* 1984).

Por sua vez, VARO *et al.* (1983) observaram que, comparando-se os resultados de FAS obtidos por diferentes métodos, houve mudanças significativas, concluindo que os valores reportados para os teores de FAS dependem também do método utilizado.



**Figura 3.** Efeito da temperatura de extrusão e velocidade de rotação da rosca no conteúdo de Fibra alimentar solúvel (FAS) da polpa de laranja (com umidade de 30%).

#### 4.4.1.2. FIBRA ALIMENTAR TOTAL (FAT)

A análise de variância (ANOVA) do modelo de regressão completo para fibra alimentar total (FAT), mostrado no anexo 3, apresentou um coeficiente de determinação  $R^2 = 0,7583$ ; não existe evidência de falta de ajuste, porém a significância da regressão ( $F_c = 3,49$  vs  $F_t = 3,02$ ) não satisfaz as exigências estabelecidas por BOX & WETZ (1973) no sentido da razão  $MQ_R/MQ_r$  ser de quatro a cinco vezes o valor de  $F_t$ ; portanto, este fato não autoriza o uso do modelo com fins preditivos.

A partir do modelo completo, eliminaram-se os coeficientes não significativos, obtendo-se o modelo ajustado (tabela 11) através do procedimento PROC – GLM/SAS.

Após ajuste do modelo, observa-se um incremento na significância da regressão ( $F_c = 11,72$  ;  $F_t = 3,59$ ); não existe evidência de falta de ajuste, mas o coeficiente de determinação

apresenta uma queda muito pronunciada ( $R^2 = 0,5796$ ), indicando assim que não existe um bom ajuste do modelo aos dados experimentais (BARROS NETO *et al.*, 1995). Diante deste fato, optou-se por utilizar o modelo completo (anexo 3) para analisar apenas a tendência da resposta de FAT na região estudada, uma vez que, segundo DRAPER & SMITH (1966), é preferível usar o modelo completo quando o modelo simplificado apresenta grande redução no valor de  $R^2$ .

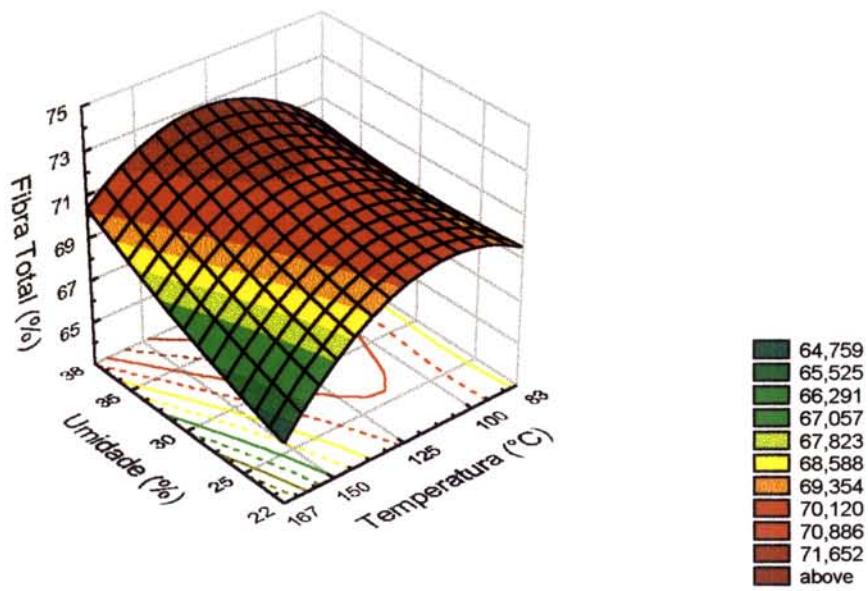
De acordo com a análise de significância de cada termo (tabela 11), o conteúdo de fibra alimentar total (FAT) foi afetado significativamente apenas pelo efeito linear da umidade da matéria-prima ( $X_2$ ) e quadrático da temperatura de extrusão ( $X_1^2$ ).

A figura 4 apresenta o diagrama de superfície correspondente ao modelo completo, que mostra a tendência do conteúdo de FAT em função da temperatura de extrusão ( $X_1$ ) e umidade da matéria-prima ( $X_2$ ), para uma velocidade de rotação da rosca correspondente a 160 rpm. Nota-se, pelo diagrama, que a tendência do conteúdo de FAT foi diminuir com alta temperatura e baixa umidade.

Pesquisas evidenciaram que, após extrusão com dupla rosca sob várias condições de processo, polpa de beterraba e cascas de ervilha apresentaram quedas de 7% e 5% respectivamente nos conteúdos de FAT, provavelmente pela fragmentação e solubilização de alguns polímeros, os quais não teriam sido totalmente recuperados durante a precipitação com etanol, subestimando assim o conteúdo de fibra total (RALET *et al.*, 1991; RALET *et al.*, 1993).

SILJESTRÖM *et al.* (1986) notaram uma diminuição no teor de FAT da farinha de trigo após processamento com extrusor dupla rosca, fato que foi atribuído às perdas de arabinoxilananas. Como reportado por VARO *et al.* (1984), estes componentes são caracterizados por serem sensíveis à degradação térmica em condições ligeiramente ácidas, coisa que é muito freqüente em alimentos.

ARRIGONI *et al.* (1986) observaram que o tratamento térmico da polpa de maçã promoveu quedas nos conteúdos de FAT, possivelmente devido à solubilização e posterior degradação dos constituintes da fibra alimentar, especialmente arabanos, obviamente favorecidos pelo baixo valor de pH. Assim, os pesquisadores notaram que a autoclavagem de tomate em pH = 4,0 promoveu diminuições de FAT, devido fundamentalmente à hidrólise dos arabanos da fibra.



**Figura 4.** Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima no conteúdo de fibra alimentar total (FAT) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 140 rpm).

#### 4.4.1.3. PECTINA TOTAL (PT) E PECTINA SOLÚVEL (PS)

Nos anexos 4 e 5, apresentam-se as análises de variância (ANOVA) e as equações de regressão relativas aos modelos completos que expressam as variações dos conteúdos de pectina total (PT) e pectina solúvel (PS) em função das variáveis independentes. Os coeficientes de determinação  $R^2$  (0,7435 e 0,8634, respectivamente) indicam que houve um razoável ajuste dos modelos aos dados experimentais. Porém, a ausência de uma regressão altamente significativa em ambos os modelos não permite o uso destas equações com fins preditivos.

A partir dos modelos completos, eliminaram-se os termos não significativos através do procedimento PROC – GLM/SAS, obtendo-se os modelos ajustados (tabela 11).

A análise de variância relacionada com o modelo ajustado da pectina total (anexo 4) mostrou uma redução muito pronunciada no coeficiente de determinação ( $R^2 = 0,6283$ ), explicando apenas uma variação de 62,83% de um total de 89,27%. Embora este modelo apresente regressão altamente significativa e não exista evidência de falta de ajuste, ele pode ser utilizado apenas para estabelecer a tendência da resposta na região estudada.

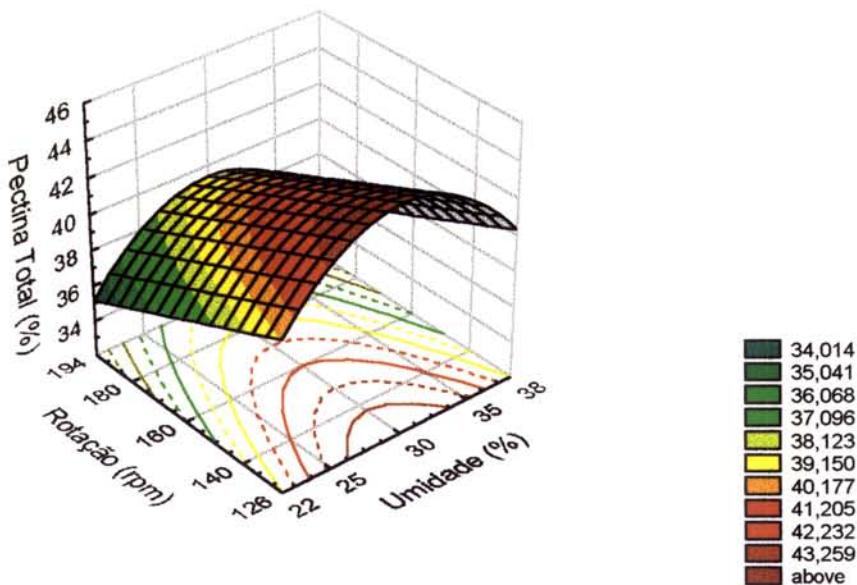
Já a análise de variância relativa ao modelo ajustado para pectina solúvel (anexo 5) evidenciou uma pequena diminuição no coeficiente de determinação ( $R^2 = 0,8282$ ). Esta equação, por apresentar regressão altamente significativa ( $F_c = 40,98$  vs  $F_t = 3,59$ ), e não mostrar evidência de falta de ajuste, pode ser utilizada para representar as variações de pectina solúvel (PS) em função das variáveis independentes na região estudada.

Na tabela 11, verifica-se que o conteúdo de pectina total (PT) da polpa de laranja extrusada foi influenciada pelo efeito linear da rotação da rosca ( $X_3$ ) e pelo efeito quadrático da umidade da matéria-prima ( $X_2^2$ ). Enquanto que, os efeitos lineares da temperatura de extrusão ( $X_1$ ) e umidade da matéria-prima ( $X_2$ ) foram os fatores de maior influência no conteúdo de pectina solúvel (PS).

A figura 5 ilustra os efeitos da umidade ( $X_2$ ) e da velocidade de rotação da rosca ( $X_3$ ) para uma temperatura fixada no ponto central ( $125^\circ\text{C}$ ). A análise da figura permite observar que maiores valores de pectina total podem ser obtidos na faixa de umidade de 27 - 33% e velocidade de rotação de rosca menor que 137 rpm, ou com maiores tempos de residência. Provavelmente, essas condições são suficientes para ocasionar alterações na estrutura da protopectina, permitindo a solubilização e liberação da pectina (RALET *et al.*, 1991).

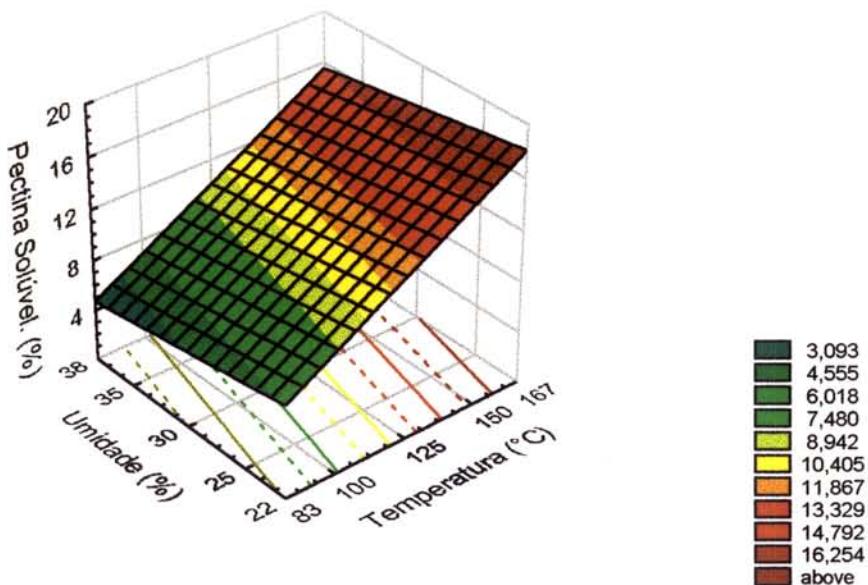
Menores valores de pectina total (PT) foram evidentes em condições moderadas de processo, determinadas pelo menor tempo de residência (máxima rotação de rosca) e maior conteúdo de umidade de processo. É possível que essas condições não sejam suficientes para ocasionar maiores mudanças na estrutura da protopectina. Entretanto, se a severidade do processo aumenta pela diminuição do conteúdo de umidade (22%) e a velocidade de rotação permanece máxima (194 rpm), observa-se que o conteúdo de pectina total (PT) também diminui. É possível que o baixo conteúdo de umidade, associado a uma maior degradação ocasionada pelo maior cisalhamento mecânico, ocasionem a destruição de alguns ácidos urônicos, diminuindo assim o conteúdo de pectina total.

Todos os tratamentos por extrusão promoveram aumentos nos valores de pectina total. Como já relatado anteriormente, este fato seria atribuído a uma parcial solubilização dos componentes da fibra. Este incremento também explicaria de certo modo o aumento observado no conteúdo de fibra alimentar solúvel.



**Figura 5.** Efeito da umidade da matéria-prima e velocidade de rotação da rosca no conteúdo de pectina total (PT) da polpa de laranja (com temperatura de extrusão de 125 °C).

O diagrama de superfície de resposta gerado a partir do modelo matemático ajustado correspondente à pectina solúvel (PS) é apresentado na figura 6. Observa-se, pela análise da superfície, que maiores valores de pectina solúvel são alcançados em condições de maior severidade de processo, ocasionados pela maior temperatura de extrusão ( $X_1$ ) e menor conteúdo de umidade ( $X_2$ ) para uma velocidade de rotação da rosca fixada no ponto central ( $X_3 = 160$  rpm). Ao contrário, menores valores de pectina solúvel foram evidenciados com baixas temperaturas e elevados teores de umidade da matéria-prima, ou quando as condições foram menos severas. Isto era esperado, desde que pesquisas realizadas por GOURGUE *et al.* (1994) mostraram que o efeito da extrusão nas cascas de laranja e limão promoveu incrementos nos conteúdos de açúcares ácidos nos extratos aquosos das respectivas amostras, confirmando assim que o processamento pelo calor solubilizou as substâncias pécticas. Resultados semelhantes foram reportados para outras fontes de fibras, como polpa de beterraba e cascas de ervilhas (GUILLOU *et al.*, 1992; RALET *et al.*, 1993). Outras pesquisas mostraram que o efeito do calor úmido sobre o purê de favas, cenoura e farelo de trigo, em princípio solubiliza as substâncias pécticas e, se o tratamento for muito pronunciado, então ocorre a destruição das mesmas (ANDERSON & CLYDESDALE, 1980).



**Figura 6.** Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima no conteúdo de pectina solúvel (PS) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 160 rpm)..

RALET *et al.* (1991) observaram que o resíduo insolúvel em água da polpa de beterraba, após processo de extrusão, apresentou relativamente baixo conteúdo em ácido galacturônico e arabinose. Entretanto, valores de 81% de ácido galacturônico e 65,4% de arabinose foram detectados no extrato aquoso do material, indicando assim uma marcada solubilização das substâncias pécticas durante o processo. Estudos realizados pela mesma equipe de pesquisadores (RALET *et al.*, 1993) indicaram que o conteúdo de ácidos urônicos no extrato aquoso de cascas de ervilha sem extrusar (2,3%) foi drasticamente incrementado após processamento de extrusão com dupla rosca (21,5%).

SIMPSON & HALLIDAY (1941) estudaram a desintegração da parede celular da cenoura durante o tratamento com vapor, e notaram que o teor de pectina solúvel foi incrementado. Ao contrário, o valor da protopectina mostrou uma significativa redução; como a diminuição no valor da protopectina foi muito grande, em comparação com o incremento da pectina, os pesquisadores indicam que parte da pectina é destruída se as condições do processo são muito severas.

#### 4.4.2. EFEITO DAS VARIÁVEIS DE EXTRUSÃO NAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DA POLPA DE LARANJA

Os resultados experimentais obtidos para as características de Densidade aparente (**D. Ap.**), índice de absorção de água (**IAA**), índice de solubilidade em água (**ISA**), volume de intumescimento (**VI**), índice de absorção de óleo (**IAO**), e viscosidade aparente da polpa de laranja (**V. Ap.**) são apresentados na tabela 12.

**TABELA 12.** Efeito das condições de extrusão nas propriedades fisico-químicas da polpa de laranja

ENSAIOS	VARIÁVEIS INDEPENDENTES			RESPOSTAS					
	X1	X2	X3	D.Ap. (g/mL)	IAA (g/g polpa)	ISA (%)	VI (mL/g polpa)	IAO (g/g polpa)	V.Ap. (m pa. s)
01	100	25	140	0,4461	14,21	13,71	21,50	2,89	3,87
02	150	25	140	0,4663	14,45	25,49	21,00	2,75	5,01
03	100	35	140	0,4363	12,46	14,30	18,50	2,98	3,48
04	150	35	140	0,4569	13,40	22,73	19,00	3,02	4,53
05	100	25	180	0,4295	14,46	13,43	22,00	3,11	3,69
06	150	25	180	0,4462	14,74	25,93	22,00	2,98	4,95
07	100	35	180	0,4569	11,72	14,29	18,50	2,85	3,12
08	150	35	180	0,4407	13,29	22,30	18,50	2,83	4,29
09	125	30	160	0,4436	12,44	20,02	20,50	2,85	5,16
10	125	30	160	0,4368	11,75	20,19	19,50	2,94	4,50
11	125	30	160	0,4433	12,64	20,08	19,50	2,81	5,04
12	125	30	160	0,4333	13,06	21,51	20,00	2,86	5,37
13	125	30	160	0,4413	11,97	19,76	19,00	2,93	5,13
14	125	30	160	0,4307	12,61	18,43	19,00	2,91	4,71
15	83	30	160	0,4333	13,13	12,95	23,00	3,03	3,36
16	167	30	160	0,4540	14,44	29,32	20,00	2,80	3,84
17	125	22	160	0,4658	13,38	21,02	23,00	2,93	5,61
18	125	38	160	0,4924	10,83	20,06	16,50	2,97	4,47
19	125	30	126	0,4456	12,29	20,25	18,50	3,00	4,59
20	125	30	194	0,4417	12,08	20,71	20,00	3,07	4,98
Polpa de laranja não extrusada				0,3831	10,93	12,51	16,00	3,79	1,14

#### OBSERVAÇÕES GERAIS:

**X<sub>1</sub>** = temperatura de extrusão (°C); **X<sub>2</sub>** = umidade da polpa de laranja (%); **X<sub>3</sub>** = rotação da rosca (rpm); **D. Ap.** = densidade aparente (g/ mL); **IAA** = Índice de absorção de água (g H<sub>2</sub>O/g polpa seca); **ISA** = índice de solubilidade em água (%); **VI** = volume de intumescimento (mL/g de polpa seca); **IAO** = índice de absorção de óleo (g de óleo/g de polpa seca); **V. Ap.** = viscosidade aparente (m Pa. s).

**TABELA 13.** Modelos de regressão ajustados<sup>(1)</sup> e significância das variáveis independentes nas propriedades físico químicas da polpa de laranja.

VARIÁVEIS DEPENDENTES	Média Das Respostas	Desvio Padrão	R <sup>2</sup>	C.V. (%)		
D. Ap.	0,4478	0,0097	0,6313	2,1669		
IAA	12,9675	0,5464	0,7867	4,2114		
ISA	19,8240	1,0711	0,9470	5,4029		
VI	19,9750	0,7400	0,8313	3,6730		
IAO	2,9255	0,0523	0,7468	1,7972		
V. Ap.	4,4850	0,3528	0,7932	7,8668		
<b>RESPOSTAS</b>		<b>MODELOS DE REGRESSÃO AJUSTADOS<sup>1</sup></b>				
D. Ap. Y <sub>6a</sub> =	0,44 + 0,01x <sub>1</sub> + 0,01x <sub>2</sub> <sup>2</sup>					
	(0,0028) (0,0026) (0,0025)					
IAA Y <sub>7a</sub> =	12,52 + 0,38x <sub>1</sub> - 0,82x <sub>2</sub> + 0,65x <sub>1</sub> <sup>2</sup>					
	(0,16) (0,15) (0,15) (0,14)					
ISA Y <sub>8a</sub> =	19,82 + 4,99x <sub>1</sub> - 0,98x <sub>1</sub> x <sub>2</sub>					
	(0,24) (0,29) (0,38)					
VI Y <sub>9a</sub> =	19,52 - 1,68x <sub>2</sub> + 0,67x <sub>1</sub> <sup>2</sup>					
	(0,21) (0,20) (0,19)					
IAO Y <sub>10a</sub> =	2,89 - 0,04x <sub>1</sub> - 0,09x <sub>2</sub> x <sub>3</sub> + 0,041x <sub>3</sub> <sup>2</sup>					
	(0,015) (0,014) (0,019) (0,014)					
V. Ap. Y <sub>11a</sub> =	4,85 + 0,39x <sub>1</sub> - 0,29x <sub>2</sub> - 0,54x <sub>1</sub> <sup>2</sup>					
	(0,100) (0,095) (0,095) (0,092)					
Efeito das Variáveis	Níveis de Significância (P < 0,05)					
Independentes	<b>D. Ap.</b>	<b>IAA</b>	<b>ISA</b>	<b>VI</b>	<b>IAO</b>	<b>V. Ap.</b>
<b>Intercepto</b>	0,0001*	0,0001*	0,0001*	0,0001*	0,0001*	0,0001*
<b>Linear</b>						
X <sub>1</sub>	0,0476*	0,0197*	0,0001*	N.S.	0,0047*	0,0007*
X <sub>2</sub>	N.S.	0,0001*	N.S.	0,0001*	N.S.	0,0072*
X <sub>3</sub>	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.
<b>Quadrático</b>						
X <sub>1</sub> <sup>2</sup>	N.S.	0,0003*	N.S.	0,0028*	N.S.	0,0001*
X <sub>2</sub> <sup>2</sup>	0,0002*	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.
X <sub>3</sub> <sup>2</sup>	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.	0,0068*	N.S.
<b>Interações</b>						
X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	N.S.	N.S.	0,0192*	N.S.	N.S.	N.S.
X <sub>1</sub> X <sub>3</sub>	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.
X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.	0,0001*	N.S.

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

<sup>(1)</sup> Modelos de regressão Ajustados, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); D. Ap. = densidade aparente; IAA = índice de absorção de água; ISA = índice de solubilidade em água; VI = volume de intumescimento; IAO = índice de absorção de óleo; V. Ap. = viscosidade aparente; R<sup>2</sup> = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; P = probabilidade; X<sub>1</sub> = temperatura de extrusão (°C); X<sub>2</sub> = umidade da polpa de laranja (%); X<sub>3</sub> = velocidade da rosca (rpm); (\*) = significativo a nível de 95% de confiança; N.S. = não significativo.

As análises de variância (ANOVA) correspondentes aos modelos completos e ajustados são mostrados nos anexos: 6, 7, 8, 9, 10, e 11, enquanto os modelos de regressão ajustados e a significância das variáveis independentes são apresentados na tabela 13.

#### **4.4.2.1. DENSIDADE APARENTE (D. Ap.)**

A densidade aparente é utilizada na especificação de embalagens, transporte e armazenamento. Ela depende de uma série de fatores, como: densidade de seus componentes, a geometria, o tamanho, as propriedades de superfície e o método de análise (LEWIS, 1993).

No anexo 6, apresenta-se a análise de variância (ANOVA) e a equação correspondente ao modelo completo da densidade aparente, obtidas em função das condições experimentais. Como observado, o coeficiente de determinação  $R^2 = 0,8212$  mostra um ajuste razoável do modelo aos dados experimentais. Embora o resíduo não apresente evidência de falta de ajuste, a regressão não é altamente significativa ( $F_c = 5,10$ ;  $F_t = 2,96$ ), descartando-se as possibilidades de uso com fins preditivos (BOX & WETZ, 1973).

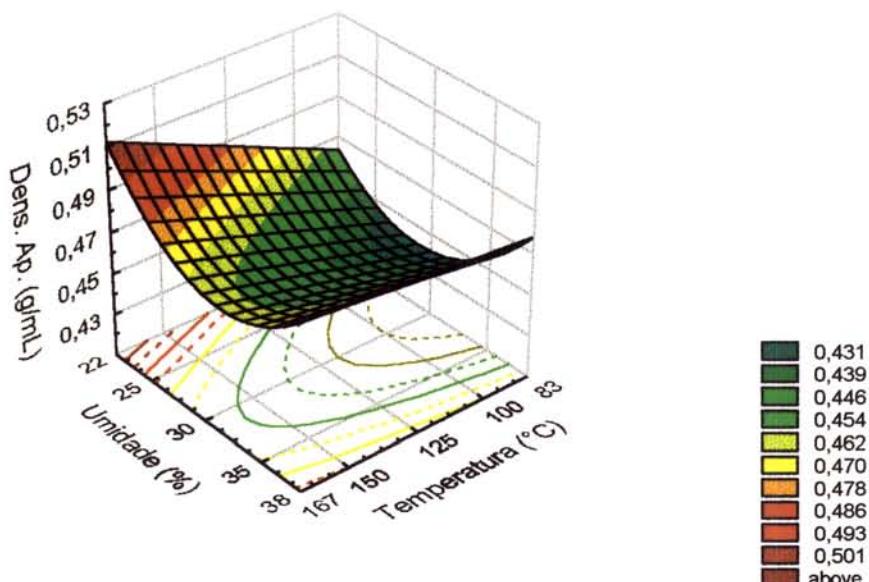
O ajuste do modelo pelo procedimento PROC – GLM/SAS (tabela 13) e a análise de variância (anexo 6) evidenciaram uma melhoria notável na significância da regressão, mas, por outro lado, indica uma queda muito pronunciada no coeficiente de determinação ( $R^2 = 0,6313$ ). Diante deste fato e, devido ao melhor ajuste apresentado pelo modelo completo, recomenda-se a utilização do mesmo para analisar a tendência da resposta na região estudada (DRAPER & SMITH, 1966).

A análise de significância de cada termo (tabela 13), mostrou que unicamente o efeito linear da temperatura de extrusão ( $X_1$ ) e quadrático da umidade ( $X_2^2$ ) influenciaram significativamente a densidade aparente.

A figura 7 apresenta o diagrama de superfície de resposta correspondente ao modelo completo que estabelece a variação da densidade aparente (D. Ap.) em função da temperatura de extrusão ( $X_1$ ) e umidade da matéria-prima ( $X_2$ ), para uma velocidade de rosca fixa ( $X_3 = 160$  rpm). Nota-se que maiores valores de densidade aparente foram obtidos com temperaturas maiores que 150°C e conteúdos de umidade menores que 22%. Provavelmente, nessas condições de maior severidade de processo, ocorre uma maior compactação e uma redução mais

pronunciada do tamanho de partículas, ocasionando diminuições no volume ocupado por elas e, consequentemente, aumentos nos valores da densidade aparente.

BHATTACHARYA & HANNA (1985) observaram que, durante a extrusão do amido a altas temperaturas, houve maior ocorrência de gelatinização. Isso significa que o material fundido terá alta viscosidade e, por esta razão, uma maior pressão é produzida, ocasionando um aumento na expansão e diminuição na densidade aparente. Isto é explicado pelo fato de que a polpa de laranja apresenta alto teor de fibra alimentar, o que torna muito difícil a expansão do produto na saída da matriz. Este fato seria responsável pelo incremento no valor da densidade aparente.



**Figura 7.** Efeito da Temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima sobre a densidade aparente (D. Ap.) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 160 rpm).

WANG *et al.* (1993) evidenciaram aumentos na densidade aparente de farelo de trigo extrusado (400 g/L), quando comparado com o farelo de trigo não extrusado (279 g/L). A explicação desse fato foi atribuída à redução do tamanho de partículas.

#### **4.4.2.2. ÍNDICES DE ABSORÇÃO DE ÁGUA (IAA) E DE SOLUBILIDADE EM ÁGUA (ISA)**

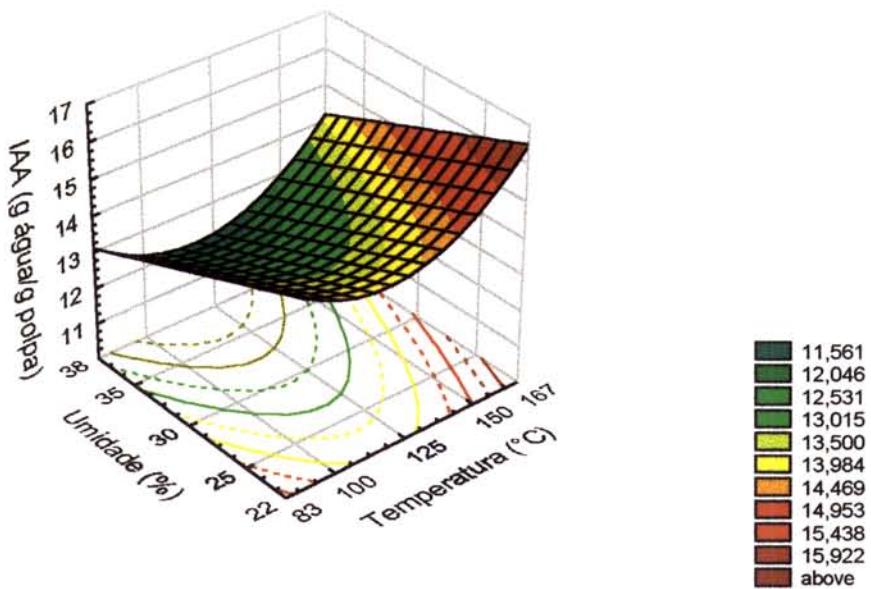
De acordo com os dados experimentais (tabela 12), estabeleceram-se os modelos de regressão completos para índice de absorção de água (IAA) e índice de solubilidade em água (ISA). Observa-se, pelas análises de variância (anexos 7 e 8), que os coeficientes de determinação ( $R^2 = 0,8337$  e  $0,9584$ ) mostraram bom ajuste aos dados experimentais. Entretanto, a regressão correspondente a índice de absorção de água não foi altamente significativa ( $F_c = 5,57$ ;  $F_t = 3,02$ ).

O ajuste dos modelos através do procedimento PROC – GLM/SAS (tabela 13) mostrou ligeiras diminuições nos coeficientes de determinação ( $R^2 = 0,7867$  e  $0,9470$ , respectivamente). As regressões altamente significativas e a inexistência de falta de ajuste permitem-nos concluir que as equações ajustadas são adequadas para representar o índice de absorção de água (IAA) e o índice de solubilidade em água (ISA) da polpa de laranja extrusada, dentro do intervalo de variação estudado. Essas equações podem, portanto, ser utilizadas com fins preditivos.

As análises de significância (tabela 13) mostraram que o índice de absorção de água (IAA) foi influenciado significativamente pelos efeitos lineares da temperatura de extrusão ( $X_1$ ), umidade da matéria-prima ( $X_2$ ) e efeito quadrático da temperatura ( $X_1^2$ ). Entretanto, o efeito linear da temperatura ( $X_1$ ) e o produto de interação da temperatura vs umidade da matéria-prima ( $X_1 \cdot X_2$ ) foram os fatores que influenciaram significativamente o índice de solubilidade em água (ISA).

As figuras 8 e 9 apresentam os diagramas de superfície correspondentes aos modelos ajustados que estabelecem as variações de IAA e ISA em função da temperatura de extrusão ( $X_1$ ) e umidade da matéria-prima ( $X_2$ ) para uma velocidade de rosca fixada no ponto central ( $X_3 = 160$  rpm).

A figura 8, mostra que é possível atingir altos valores de IAA quando as condições são mais severas, especialmente quando a temperatura é maior que  $150^\circ\text{C}$  e o conteúdo de umidade menor que 24%. Conforme relatado por ROBERTSON & EASTWOOD (1981), nessas condições, a composição química da fibra é alterada grandemente, ocorrendo maior solubilização de componentes com liberação de açúcares neutros e açúcares ácidos, sem chegar a uma completa destruição dos mesmos; desta maneira existiria uma maior liberação de grupos hidrofilicos (-OH) que estariam disponíveis para se ligarem à água (FAUBION *et al.*, 1982).



**Figura 8.** Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima no índice de absorção de água (IAA) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 160 rpm).

Por outro lado, o processo de extrusão ocasiona maior redução no tamanho de partícula e, conforme já relatado por LOPEZ *et al.* (1997), de forma geral, a redução de tamanho de partícula se traduz em um aumento da capacidade de retenção de água, devido ao incremento da área superficial das partículas em contato com o líquido. Entretanto, já foram observados casos particulares, como no farelo de trigo, em que o IAA diminuiu em 31% quando o tamanho de partícula foi reduzido de 0,92 mm para 0,54 mm (HELLER *et al.*, 1980).

Pesquisas tem indicado que é muito difícil comparar valores de IAA nos diferentes produtos, pois eles dependem das condições experimentais, como temperatura, tempo e velocidade de centrifugação, assim como da maneira de preparação da amostra, especialmente o processo de secagem.

ROBERTSON & EASTWOOD (1981) observaram que fibra de batata liofilizada absorveu maior quantidade de água (25,2 g/g) quando comparada com a mesma fibra seca em estufa com circulação de ar (10,3 g/g). Vários outros subprodutos, como cascas de ervilhas e

sementes de girassol, variaram entre 2,6 – 12,1 g/g. Entretanto, milho e farelo de aveia apresentaram valores baixos - 1,5 e 3,0 g/g (MONGEAU & BRASSARD, 1982).

Estudos realizados por PARROT & THRALL (1978) indicaram que o IAA da polpa de beterraba aparentemente não foi influenciada pelo tamanho de partícula, pH e força iônica. O efeito desses fatores parece ser dependente das propriedades individuais e estruturais dos componentes da parede celular.

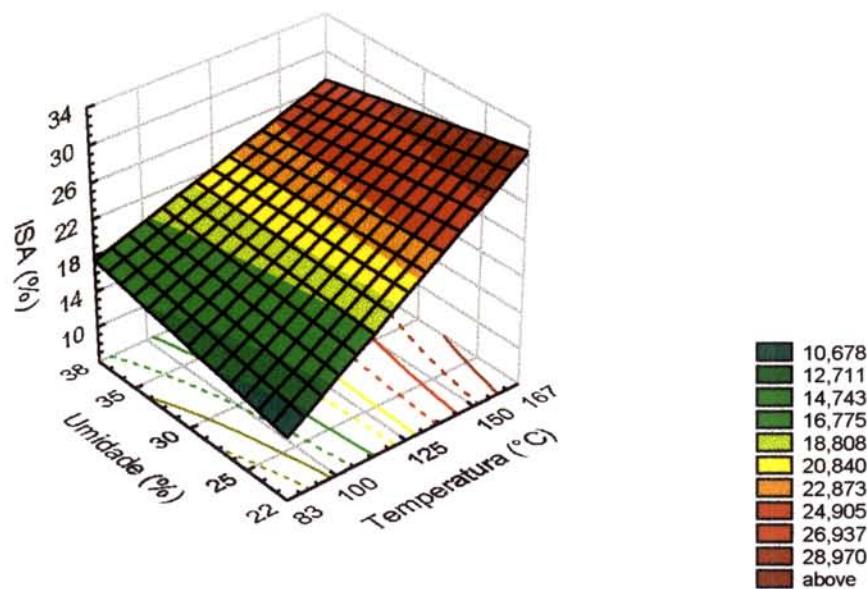
RALET *et al.* (1990) relataram que as propriedades físicas das cascas de ervilha, particularmente as suas propriedades de hidratação, não foram intensamente modificadas pelo processo de extrusão.

ARRIGONI *et al.* (1986) evidenciaram que o IAA das cascas de ervilha foi levemente modificado pelo processo de autoclavagem, enquanto que a polpa de maçã apresentou uma significativa diminuição com esse mesmo tratamento. A explicação desse comportamento seria que os subprodutos contendo parede celular primária são mais fracos e colapsam devido à solubilização dos polímeros da parede celular após tratamento de extrusão ou autoclavagem. Subprodutos ricos em parede celular secundária, como cascas de ervilha ou farelo de trigo, apresentam uma alta resistência mecânica e resistem melhor ao colapso durante os processos de aquecimento.

A análise de superfície de resposta relacionada com o índice de solubilidade em água (ISA), apresentada na figura 9, indica que o valor deste parâmetro incrementou-se com temperaturas maiores que 150°C e conteúdos de umidade menores que 27%, isto é, quando as condições do processo foram mais severas.

O índice de solubilidade em água é um parâmetro que reflete a degradação sofrida pelos constituintes da fibra. O aumento da solubilidade verificada em produtos extrusados é atribuída à presença de compostos de baixo peso molecular, principalmente quando as condições de processo são mais severas (COLONNA *et al.*, 1984).

OLKKU *et al.* (1984) indicaram que a extrusão de fibras produz significativas alterações estruturais, promovendo a solubilização e, se o tratamento for mais severo, pode ocorrer a destruição dos componentes. Geralmente, o ISA depende da quantidade de moléculas solúveis e está relacionada com o grau de modificação da fibra.



**Figura 9.** Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima no Índice de solubilidade em água (ISA) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 140 rpm).

Em todos os experimentos realizados, evidenciaram-se incrementos nos valores de ISA da polpa de laranja pelo efeito da extrusão, variando entre 13,71 – 29,32% quando comparados com a polpa de laranja sem extrusar (12,51%).

RALET *et al.* (1993) observaram incrementos nos valores de ISA das cascas de ervilha após extrusão sob diferentes condições de processo, sendo mais evidentes em condições em que é requerida maior energia mecânica específica. Os pesquisadores notaram que o material solúvel é constituído principalmente por substâncias pécticas e hemiceluloses. Estudos da fração solúvel permitiram conhecer em forma quantitativa os principais componentes da fibra: xilose, galactose, ácidos urônicos e deoxiaçúcares apresentaram valores de 2%, 11%, 2,3% e 11%, respectivamente, antes do processo de extrusão. Após extrusão, estes valores foram notoriamente incrementados para: 23%, 55,6%, 21,5% e 57,1%, respectivamente. A glicose não teve maiores mudanças. Os pesquisadores indicaram que o processo de extrusão permitiu principalmente a solubilização de substâncias pécticas neutras ou cadeias laterais, ao invés das cadeias principais de rhamnogalacturononas, e que a cadeia principal de celulose não foi degradada.

Estudos realizados por RALET *et al.* (1991) apontaram que o processo de extrusão com dupla rosca incrementou o ISA da polpa de beterraba, que alcançou valores de 24,4 e 47,5%, quando comparada com polpa sem extrusar (16,6%). Os pesquisadores indicaram que a solubilização está diretamente relacionada com a energia mecânica específica. A temperatura teve pouco efeito; especialmente, ela solubilizou melhor quando os níveis de umidade foram menores.

#### **4.4.2.3. VOLUME DE INTUMESCIMENTO (VI)**

O intumescimento é um processo de difusão, governado pela afinidade das moléculas que intumescem pelas moléculas componentes do fluido (QIAN & DING, 1996).

Vários modelos de intumescimento na estrutura do gel já foram apresentados. Assim, no caso da celulose, quanto mais líquido chega a estar em contato com ela, ocorre um tipo de mecanismo que ocasiona o enrolamento da fibra, formando uma estrutura porosa. No início do intumescimento, muitos grupos hidroxila chegam a ser disponíveis para acomodar mais líquido, o que promove completa abertura da estrutura e ocasiona mais intumescimento. Quando o líquido que interage é a água, os grupos hidroxila não disponíveis presentes na região amorfa chegam a ser disponíveis, entretanto o volume destes grupos na região cristalina permanecem indisponíveis durante o processo. Geralmente é aceito que, qualitativamente, as maiores áreas disponíveis para a água estão na região amorfa, e que as regiões cristalinas atuam como semi-ligações cruzadas que limitam o processo de intumescimento (CHATTERJEE and NGUYEN, 1985).

A estrutura porosa da fibra é formada por pontes de cálcio entre as moléculas de pectina e por pontes de ácido ferúlico entre moléculas de hemicelulose. Celulose e cadeias laterais de hemicelulose também contribuem à formação da estrutura porosa das fibras (FRY, 1986).

A partir dos resultados experimentais (tabela 12), estabeleceu-se o modelo de regressão completo (anexo 9). Observa-se pela análise de variância (ANOVA) que a equação é significativa ( $P \leq 0,05$ ), o resíduo não apresenta falta de ajuste e o coeficiente de determinação ( $R^2 = 0,8995$ ) indica um bom ajuste aos dados experimentais.

A eliminação dos coeficientes não significativos do modelo completo, através do procedimento PROC – GLM/SAS, permitiu obter o modelo ajustado (tabela 13). A análise da variância correspondente a este modelo (anexo 9) apresentou moderada diminuição no valor do

coeficiente de determinação ( $R^2 = 0,8313$ ); por outro lado, observou-se uma melhora pronunciada na significância da regressão. Como o resíduo não apresenta falta de ajuste significativo, conclui-se que a equação é adequada para representar o comportamento do volume de intumescimento (VI) da polpa de laranja dentro do intervalo de variação estudado.

O volume de intumescimento foi influenciado significativamente pelo efeito linear da umidade da matéria-prima ( $X_2$ ) e pelo efeito quadrático da temperatura de extrusão ( $X_1^2$ ), sendo a umidade a variável de maior influência.

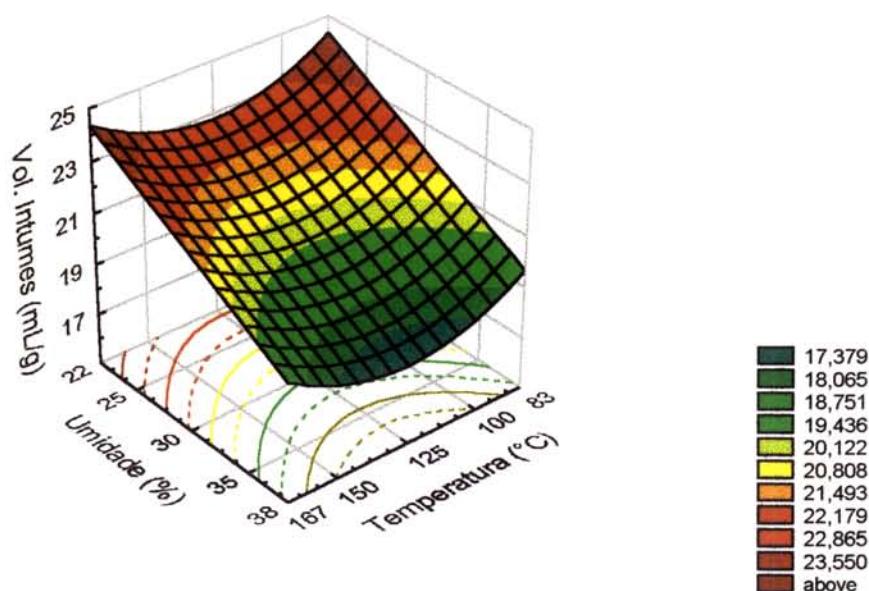
Todos os tratamentos por extrusão ocasionaram aumentos nos valores do volume de intumescimento (16,50 – 23,0 mL H<sub>2</sub>O/g polpa seca) quando comparados com a polpa de laranja sem extrusar (16,0 mL H<sub>2</sub>O/g polpa seca).

O diagrama de superfície de resposta gerado a partir do modelo matemático ajustado (figura 10) mostra a variação do volume de intumescimento em função da temperatura de extrusão ( $X_1$ ) e umidade da matéria-prima ( $X_2$ ), quando a velocidade da rosca ( $X_3$ ) foi de 160 rpm. O efeito quadrático da temperatura ocasiona duas regiões de máximo intumescimento. A primeira região é atingida com temperaturas menores que 90°C e conteúdos de umidade da matéria-prima menores que 23%. Provavelmente, essas condições são suficientes para abrir a estrutura porosa na matriz da fibra, permitindo maior entrada da água até os grupos hidrofílicos. A segunda região foi observada em condições de processo mais severas, quando a temperatura foi maior que 155°C e a umidade menor que 23%. Este fato seria explicado pela maior solubilização dos componentes da fibra, principalmente substâncias pecticas, cujas cadeias seriam desagregadas; desta maneira, existiria uma maior possibilidade das cadeias se ligarem entre si através de pontes de cálcio, aumentando o número de espaços intermoleculares responsáveis pela retenção de água. Por outro lado, a celulose ficaria descoberta, e participaria diretamente no processo de intumescimento, desde que a maior parte da celulose da polpa de laranja está em estado amorfo, conforme mostrado posteriormente pela análise de difratometria de raios-X.

Temperaturas médias (100–150°C) e elevados conteúdos de umidade (37%) promoveram quedas nos valores do volume de intumescimento, provavelmente pela desnaturação das proteínas.

RALET *et al.* (1991) notaram que, após extrusão, polpa de beterraba apresentou uma diminuição no volume de intumescimento (13,4 mL/g matéria seca), quando comparada com a

RALET *et al.* (1991) notaram que, após extrusão, polpa de beterraba apresentou uma diminuição no volume de intumescimento (13,4 mL/g matéria seca), quando comparada com a polpa sem extrusar (19,3 mL/g matéria seca), possivelmente por destruição parcial da coesividade da parede celular devida às condições severas do processo. Entretanto, os pesquisadores apontaram que o VI correspondente à polpa sem extrusar foi relativamente elevado em relação aos valores reportados por BERTIN *et al.* (1989); a explicação desse fato foi atribuída ao maior tamanho de partícula utilizada para a determinação.



**Figura 10.** Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria prima no volume de intumescimento (VI) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 160 rpm).

#### 4.4.2.4. INDICE DE ABSORÇÃO DE ÓLEO (IAO)

A partir dos resultados experimentais para o índice de absorção de óleo (tabela 12), estabeleceu-se o modelo de regressão completo (anexo 10). A análise de variância (ANOVA) permite observar que o coeficiente de determinação ( $R^2 = 0,8508$ ) mostra um bom ajuste aos dados experimentais ( $P \leq 0,05$ ), o resíduo não apresenta falta de ajuste significativo; entretanto, a regressão não é altamente significativa. O ajuste do modelo através do procedimento PROC –

apresenta evidência de falta de ajuste, este pode muito bem ser utilizado para predizer valores de índice de absorção de óleo (IAO) na região estudada.

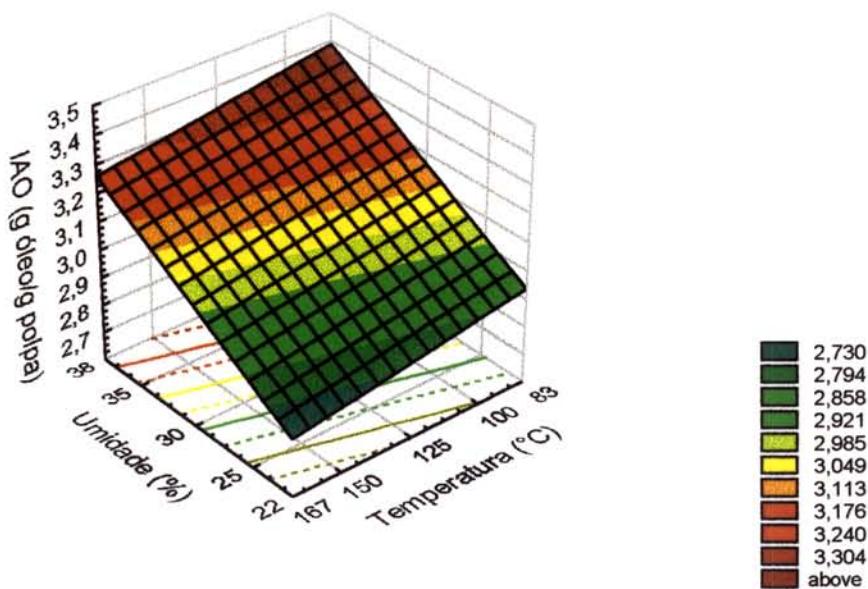
O índice de absorção de óleo foi afetado significativamente pelo efeito linear da temperatura de extrusão ( $X_1$ ), efeitos de interação entre a umidade da matéria-prima vs velocidade de rotação da rosca ( $X_2 \cdot X_3$ ) e pelo efeito quadrático da rotação da rosca ( $X_3^2$ ).

Todos os tratamentos por extrusão ocasionaram diminuições nos valores de IAO da polpa de laranja (2,75 – 3,11 g óleo/g polpa) quando comparados com a polpa sem extrusar (3,79 g óleo/g polpa). Entretanto, estes resultados foram relativamente inferiores aos reportados por KESTERSON & BRADDOCK (1973). Estes relataram ter observado maiores índices de absorção de óleo (4 – 5 g óleo/g matéria) para polpa de laranja seca pelo processo de rolos aquecidos (Drum Dryer).

SOSULKI & CADDEN (1982) apontaram que fontes ricas em lignina são as que possuem maior capacidade de absorção de óleo. Entretanto, estudos conduzidos por LOPEZ *et al.* (1997) sobre a purificação de fibra alimentar de alcachofra indicaram que as fibras insolúveis apresentam maiores índices de absorção de óleo que as fibras solúveis, seja pelo seu maior conteúdo de lignina, seja pelo seu maior tamanho de partícula.

A figura 11A mostra o diagrama da superfície de resposta que apresenta a variação do índice de absorção de óleo (IAO) em função da temperatura de extrusão ( $X_1$ ) e umidade da matéria-prima ( $X_2$ ) para uma velocidade de rosca fixa ( $X_3 = 126$  rpm). A análise da figura indica que temperaturas maiores que 135°C e conteúdos de umidade menores que 24% promoveram quedas nos valores de IAO; provavelmente devido às condições severas de baixa umidade e maior tempo de residência, ocorre maior redução do tamanho de partículas, com possível destruição de grupos hidrofóbicos.

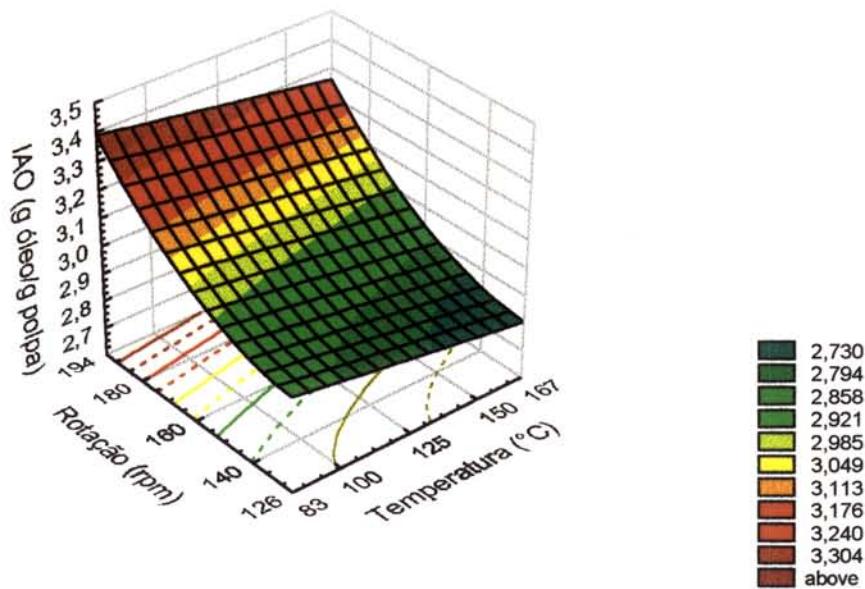
Já os maiores valores de índice de absorção de óleo (IAO) foram alcançados com temperaturas menores que 115°C e conteúdos de umidade maiores que 36%. O alto conteúdo de umidade facilitaria a condução dos substratos hidratados, favorecendo a formação de compostos derivados da reação de Maillard que são responsáveis pela absorção de óleo (RALET *et al.*, 1991).



**Figura 11A.** Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima no índice de absorção de óleo (IAO) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 126 rpm).

Na figura 11B, mostra-se a variação do índice de absorção de óleo (IAO) em função da temperatura de extrusão ( $X_1$ ) e velocidade de rotação da rosca ( $X_3$ ), mantendo-se fixa a umidade da matéria-prima em 22%. Desta maneira, observa-se que os menores valores de IAO foram atingidos com altas temperaturas e menores velocidades de rotação da rosca.

PORZIO & BLAKE (1983) submeteram a polpa de laranja lavada ao efeito de oito diferentes tratamentos fisico-químicos. Estes autores evidenciaram que as amostras secas pelos processos de Drum Dryer, Freeze Dryer e Spray Dryer apresentaram índices de absorção de óleo de 0,7; 1,3 e 0,2 g óleo/ g polpa seca, respectivamente. Entretanto, quando a polpa foi submetida previamente a uma extração com solução de EDTA 0,2M e solução de citrato 0,1M, os índices de absorção de óleo aumentaram para 11,6 e 8,4 g óleo/ g polpa seca, respectivamente. Os pesquisadores notaram que a capacidade da polpa para absorver óleo foi inversamente relacionada com sua densidade aparente.



**Figura 11B.** Efeito da temperatura de extrusão e velocidade de rotação da rosca no índice de absorção de óleo (IAO) da polpa de laranja (com umidade da matéria prima de 22%).

COLLINS & POST (1981) registraram a determinação do IAO de cascas de amendoim à temperatura de 66°C durante 150 min., e reportaram um incremento de 17,65%, indicando assim que os resultados são dependentes das condições do processo.

AMADO (1994) relatou que a capacidade de absorção de óleo está relacionada com a composição química, tamanho e área superficial das partículas de fibra. O óleo fica retido na superfície da fibra principalmente através de processos mecânicos.

#### 4.4.2.5. VISCOSIDADE APARENTE (*V Ap.*)

A viscosidade aparente é outra forma de avaliar o grau de solubilização de produtos que contêm altos teores de fibra alimentar, já que a captação da água por esta dá lugar à formação de um gel matricial viscoso, que retarda a difusão dos nutrientes desde o lúmen até a superfície da mucosa intestinal (LOPEZ *et al.*, 1997).

De acordo com os dados experimentais (tabela 12), estabeleceu-se o modelo de regressão completo (anexo 11) para a viscosidade aparente da polpa de laranja extrusada em função das condições experimentais. A análise de variância (anexo 11) indica que o modelo apresenta um coeficiente de determinação  $R^2 = 0,8274$ ; não existe evidência de falta de ajuste, mas a regressão não é altamente significativa ( $F_c = 5,33$ ;  $F_t = 2,32$ ).

A partir do modelo completo, eliminaram-se os termos não significativos pelo processo PROC – GLM/SAS, obtendo-se o modelo ajustado (tabela 13). O novo modelo apresenta agora uma moderada diminuição no coeficiente de determinação ( $R^2 = 0,7932$ ), indicando assim um aceitável ajuste aos dados experimentais; como não existe evidência de falta de ajuste e a regressão é altamente significativa ( $F_c = 20,46$ ;  $F_t = 3,24$ ), este pode ser utilizado para predizer valores de viscosidade aparente da casca de laranja na região estudada (BOX & WETZ, 1973).

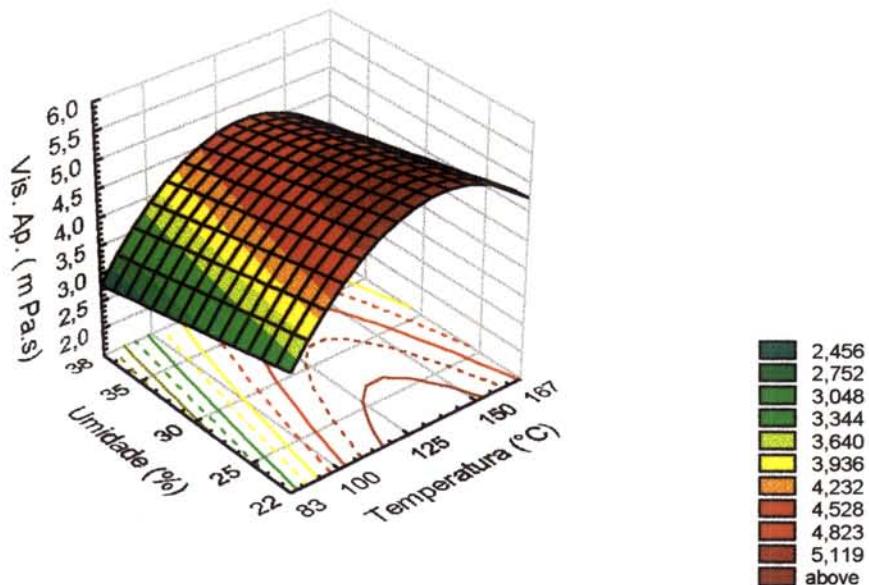
Verifica-se, pela análise da tabela 13, que a viscosidade aparente foi influenciada significativamente pelos efeitos lineares ( $X_1$ ) e quadrático ( $X_1^2$ ) da temperatura de extrusão e pelo efeito linear da umidade da matéria-prima ( $X_2$ ).

O diagrama de superfície gerado a partir do modelo ajustado é apresentado na figura 12. Observa-se, para uma velocidade média de rosca (160 rpm), que os maiores valores de viscosidade aparente são alcançados com temperaturas médias compreendidas na faixa de 115 – 150°C e conteúdos de umidade na faixa de 22 – 26%.

Em todos os experimentos, o processo de extrusão da polpa de laranja promoveu incrementos nos valores de viscosidade aparente ( $3,12 - 5,61 \text{ mPa.s a } 132\text{s}^{-1}$ ), quando comparados com os valores obtidos da polpa sem extrusar ( $1,14 \text{ mPa.s a } 132\text{s}^{-1}$ ). Sendo assim, os incrementos estariam na ordem de 236,84 e 392,11%. Estes resultados mostraram-se relativamente maiores do que os relatados por GOURGUE *et al.* (1994), os quais apontaram valores de  $1,09$  e  $1,19 \text{ mPa.s a } 1,83\text{s}^{-1}$  para cascas de laranja extrusada e de  $1,06 \text{ mPa.s a } 1,83\text{s}^{-1}$  para cascas não extrusadas; neste caso, os incrementos foram de  $2,83$  e  $12,26\%$ . Os pesquisadores indicaram também que, após extrusão das cascas de limão, a viscosidade aparente foi incrementada na ordem de  $112,12$  e  $186,36\%$ .

Conforme relatado anteriormente, o efeito de extrusão promoveu incrementos nos conteúdos de açúcares neutros e açúcares ácidos nos extratos aquosos das amostras extrusadas, confirmando assim o fato de que o tratamento térmico solubilizou principalmente substâncias

pécticas e algumas hemiceluloses, como mostrado para outras fontes de fibra (polpa de beterraba e cascas de ervilha). Esta solubilização seria responsável pelo aumento na viscosidade das fibras extrusadas (GUILLOU *et al.*, 1992; RALET *et al.*, 1993).



**Figura 12.** Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima sobre a Viscosidade aparente (V. Ap.) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 160 rpm).

Comparações estabelecidas entre a viscosidade aparente da fração solúvel de cascas de laranja extrusada (1,09–1,19 mPa.s) e polpa de manga sem extrusar (12– 40 mPa.s), determinadas nas mesmas condições de velocidade de corte ( $1,83\text{ s}^{-1}$ ), mostraram que a polpa de manga teve um comportamento pseudoplástico, enquanto que o extrato aquoso da casca de laranja teve comportamento newtoneano. As diferenças nos valores de viscosidade aparente não seriam devidas à natureza química dos polímeros solubilizados, já que o conteúdo em ácido galacturônico em ambas as amostras foram similares. Provavelmente este fato seria explicado pelo alto grau de polimerização das cadeias solubilizadas na polpa de manga (GOURGUE *et al.*, 1992; GOURGUE *et al.*, 1994).

#### **4.4.3. EFEITO DAS VARIÁVEIS DE EXTRUSÃO NAS CARACTERÍSTICAS DA COR DA POLPA DE LARANJA**

Os resultados experimentais obtidos em função das características de luminosidade ( $L^*$ ), coordenada de cromaticidade ( $a^*$ ), coordenada ( $b^*$ ) e diferença de cor ( $\Delta E^*$ ) de cada um dos experimentos realizados durante o processo de extrusão da polpa de laranja são apresentados na tabela 14.

As análises de variância (ANOVA) correspondentes aos modelos completos e ajustados são mostrados nos anexos 12, 13, 14 e 15, enquanto os modelos de regressão ajustados e a significância das variáveis independentes são indicados na tabela 15.

##### **4.4.3.1. CARACTERÍSTICAS DE COR DA POLPA DE LARANJA ( $L^*$ , $a^*$ , $b^*$ e $\Delta E^*$ )**

Fisicamente, a cor é uma característica da luz, mensurável em termos de intensidade (energia radiante) e comprimento de onda. Quando praticamente toda a energia visível é refletida de uma superfície opaca, o objeto aparece como branco; se a luz é parcialmente absorvida, o objeto aparece cinzento; e se a absorção for praticamente completa, o resultado seria um objeto preto (CHAVEs, 1980).

O desenvolvimento da cor durante o processo de extrusão proporciona importante informação sobre o grau de tratamento térmico (LINKO *et al.*, 1981). Pesquisas têm mostrado que a cor dos produtos extrusados desenvolve-se paralelamente à perda de lisina, e que o efeito da temperatura é bem mais pronunciado quando o conteúdo de umidade é menor (NOGUCHI *et al.*, 1982). Em termos gerais, algumas vezes é necessário determinar somente uma dimensão específica para determinar a qualidade de um produto. Assim, por exemplo, na indústria do tomate, a cor vermelha é o parâmetro pela qual a qualidade do produto é avaliada (HUNTER & HAROLD, 1987).

De acordo com os resultados das determinações dos parâmetros da cor  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  e  $\Delta E^*$  da polpa de laranja, obtidos em função das condições experimentais (tabela 13), estabeleceram-se os modelos de regressão completos (anexos 12, 13, 14 15). Observa-se pelas análises de variância (ANOVA) que os modelos correspondentes aos parâmetros  $L^*$ ;  $a^*$ ;  $b^*$  e  $\Delta E^*$  foram significativos ( $p \leq 0,05$ ); os coeficientes de determinação  $R^2 = 0,9084$ ;  $0,9662$ ;  $0,8789$  e  $0,9534$ , respectivamente, indicam que houve bom ajuste aos dados experimentais. Porém, as coordenadas

a\* e b\* evidenciaram significância na falta de ajuste, mas estes fatos foram considerados irrelevantes, uma vez que a significância é devida ao baixo erro experimental, conforme mostrado pela ANOVA modificada (anexos 13 e 14), confirmando que os efeitos dos termos lineares foram significativos ( $p \leq 0,05$ ) e que os modelos podem ser ajustados usando o quadrado médio da falta de ajuste, ao invés do quadrado médio do resíduo, para calcular o valor de F da regressão (WASZCZYNSKYJ *et al.*, 1981).

**TABELA 14.** Efeito das condições de extrusão sobre os parâmetros da cor da polpa de laranja

<b>ENSAIOS</b>	<b>VARIÁVEIS INDEPENDENTES</b>			<b>PARÂMETROS</b>			
	<b>X<sub>1</sub></b>	<b>X<sub>2</sub></b>	<b>X<sub>3</sub></b>	<b>L*</b>	<b>a*</b>	<b>b*</b>	<b>ΔE*</b>
01	100	25	140	72,75	04,01	29,47	04,18
02	150	25	140	66,65	07,06	33,21	11,90
03	100	35	140	72,57	02,90	27,02	03,86
04	150	35	140	69,91	05,25	31,66	07,93
05	100	25	180	73,44	04,02	29,92	03,85
06	150	25	180	67,04	07,31	33,83	11,98
07	100	35	180	71,76	03,61	28,76	04,78
08	150	35	180	69,25	05,40	31,81	08,59
09	125	30	160	68,20	04,91	30,40	08,83
10	125	30	160	69,56	05,12	31,01	07,88
11	125	30	160	69,35	04,84	30,59	07,83
12	125	30	160	70,28	05,00	31,18	07,32
13	125	30	160	69,44	05,10	31,12	08,03
14	125	30	160	70,64	04,86	30,83	06,81
15	83	30	160	73,26	03,68	29,82	03,87
16	167	30	160	62,74	08,31	32,97	15,55
17	125	22	160	68,85	06,11	32,10	09,26
18	125	38	160	70,45	04,45	30,22	06,62
19	125	30	126	69,98	04,98	30,88	07,34
20	125	30	194	70,34	04,87	30,87	07,09
Polpa de laranja não extrusada				76,38	03,11	27,61	----

#### OBSERVAÇÕES GERAIS:

X<sub>1</sub> = temperatura de extrusão (°C); X<sub>2</sub> = umidade da matéria prima (%); X<sub>3</sub> = rotação da rosca (rpm);  
L\* = luminosidade (100=branco, 0=preto); coordenadas de cromaticidade: a\* (-) verde / vermelho (+);  
b\* (-) azul / amarelo (+); ΔE\* = diferença de cor.

**TABELA 15.** Modelos de regressão ajustados<sup>(1)</sup> e significância das variáveis independentes sobre os parâmetros da cor da polpa de laranja.

VARIÁVEIS DEPENDENTES	Média Das respostas	Desvio Padrão	R <sup>2</sup>	C.V. (%)
L*	69,8230	1,0948	0,8283	1,5679
a*	5,0895	0,3076	0,9560	6,0438
b*	30,8900	0,6319	0,8518	2,0462
ΔE*	7,6750	0,9740	0,9107	12,6908
<b>RESPOSTAS</b>	<b>MODELOS DE REGRESSÃO AJUSTADOS<sup>1</sup></b>			
L*. Y <sub>12a</sub> =	69,82 - 2,58x <sub>1</sub> + 0,92x <sub>1</sub> x <sub>2</sub>			
	(0,24) (0,30) (0,39)			
a* Y <sub>13a</sub> =	4,90 + 1,34x <sub>1</sub> - 0,58x <sub>2</sub> + 0,27x <sub>1</sub> <sup>2</sup> - 0,27x <sub>1</sub> x <sub>2</sub>			
	(0,09) (0,08) (0,08) (0,08) (0,11)			
b* Y <sub>14a</sub> =	30,88 + 1,51x <sub>1</sub> - 0,76x <sub>2</sub>			
	(0,14) (0,17) (0,17)			
ΔE* Y <sub>15a</sub> =	7,67 + 3,17x <sub>1</sub> - 0,82x <sub>2</sub> - 0,99x <sub>1</sub> x <sub>2</sub>			
	(0,22) (0,26) (0,26) (0,34)			
Efeito das Variáveis Independentes	Níveis de Significância (P < 0,05)			
	L*	a*	b*	ΔE*
<b>Intercepto</b>	0,0001*	0,0001*	0,0001*	0,0001*
<b>Linear</b>				
X <sub>1</sub>	0,0001*	0,0001*	0,0001*	0,0001*
X <sub>2</sub>	N.S.	0,0001*	0,0004*	0,0068*
X <sub>3</sub>	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.
<b>Quadrático</b>				
X <sub>1</sub> <sup>2</sup>	N.S.	0,0042*	N.S.	N.S.
X <sub>2</sub> <sup>2</sup>	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.
X <sub>3</sub> <sup>2</sup>	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.
<b>Interações</b>				
X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	0,0301*	0,0232*	N.S.	0,0106*
X <sub>1</sub> X <sub>3</sub>	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.
X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>	N.S.	N.S.	N.S.	N.S.

#### OBSERVAÇÕES GERAIS:

<sup>(1)</sup> Modelos de regressão Ajustados, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); L\* = luminosidade (100=branco, 0=preto); coordenadas de cromatididade: a\* (-) verde / vermelho (+); b\* (-) azul / amarelo (+); ΔE\* = diferença de cor; R<sup>2</sup> = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; P = probabilidade; X<sub>1</sub> = temperatura de extrusão (°C); X<sub>2</sub> = umidade da polpa de laranja (%); X<sub>3</sub> = velocidade da rosca (rpm); (\*) = significativo a nível de 95% de confiança; (\*) = significativo ao nível de 95% de confiança, N.S. = não significativo.

A partir dos modelos completos, eliminaram-se os coeficientes não significativos através do procedimento PROC – GLM/SAS, obtendo-se os modelos ajustados (tabela 15). Os novos modelos correspondentes aos parâmetros  $L^*$ ;  $a^*$ ;  $b^*$  e  $\Delta E^*$  evidenciaram moderadas quedas nos coeficientes de determinação ( $R^2 = 0,8283; 0,9560; 0,8518$  e  $0,9107$ , respectivamente), o que ocorre em virtude da redução do número de graus de liberdade. Como todos eles apresentam boa concordância com os dados experimentais, os modelos podem ser utilizados muito bem para representar as variações dos parâmetros da cor da polpa de laranja na regiões estudadas.

A análise de significância dos fatores (tabela 15) indicou que o efeito linear da temperatura de extrusão ( $X_1$ ) e produto de interação entre temperatura de extrusão vs umidade de processamento ( $X_1 \cdot X_2$ ) tiveram influencia significativa no valor da luminosidade ( $L^*$ ). Já os efeitos lineares da temperatura ( $X_1$ ) e umidade da matéria-prima ( $X_2$ ) foram as variáveis de maior influência nas coordenadas  $a^*$  e  $b^*$ ; enquanto que o efeito quadrático da temperatura ( $X_1^2$ ) e produto de interação da temperatura vs umidade ( $X_1 \cdot X_2$ ) também influenciaram de forma significativa o valor de  $a^*$ . Por outro lado, o efeito linear da umidade da matéria-prima ( $X_2$ ) e produto de interação entre temperatura vs umidade ( $X_1 \cdot X_2$ ) influenciaram significativamente a diferença de cor ( $\Delta E^*$ ).

Nas figuras 13, 14, 15 e 16, apresentam-se os diagramas de superfície correspondentes aos modelos ajustados que estabelecem as variações dos componentes  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  e  $\Delta E$  em função da temperatura de extrusão ( $X_1$ ) e umidade da matéria-prima ( $X_2$ ), para uma velocidade de rosca fixa no ponto central ( $X_3 = 160$  rpm).

Verifica-se, pela figura 13, que produtos mais escuros foram obtidos quando as condições do processo foram mais severas, até atingir o ponto de máximo, com temperaturas maiores que  $150^\circ\text{C}$  e conteúdos de umidade menores que 25%. Produtos mais claros foram obtidos com menores temperaturas ( $90^\circ\text{C}$ ) e menor conteúdo de umidade (25%). Provavelmente estas condições não favorecem a formação de compostos derivados da reação de Maillard.

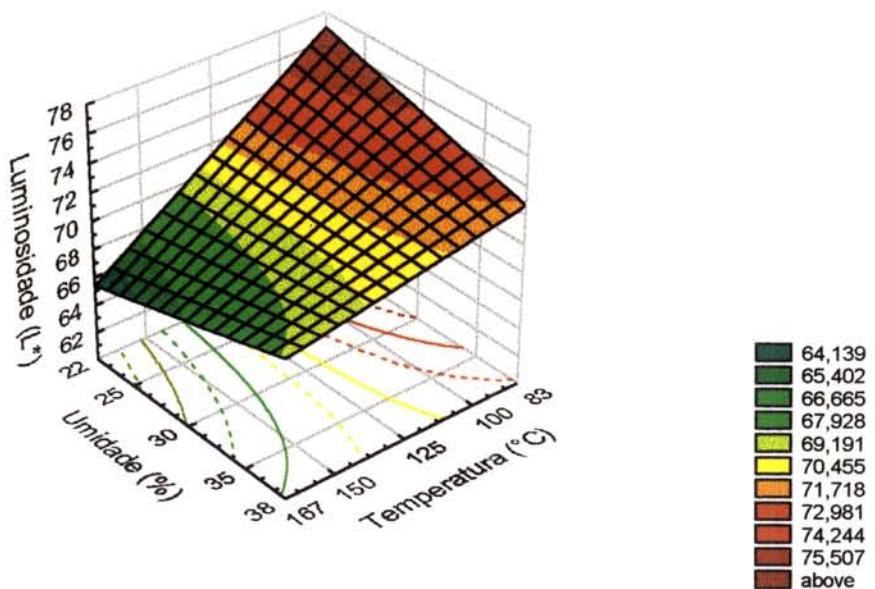
Nas figuras 14, 15 e 16, observa-se que os valores dos componentes  $a^*$ ,  $b^*$  e  $\Delta E^*$  aumentaram com incrementos na temperatura de extrusão e diminuição no conteúdo de umidade de processo. Os pontos máximos nos valores de  $a^*$  (vermelho),  $b^*$  (amarelo) e  $\Delta E$  (diferença de cor) foram atingidos com temperaturas maiores que  $150^\circ\text{C}$  e conteúdos de umidade menores que 25%. Possivelmente, a cor desenvolvida por cada um dos produtos extrusados foi ocasionada por

reações de caramelização e reações de Maillard, uma vez que a polpa de laranja estudada apresenta teores suficientes de açúcares totais e proteínas. Estas proteínas reagiriam com os açúcares redutores, favorecidos pelas condições de processamento, resultando na formação de compostos escuros.

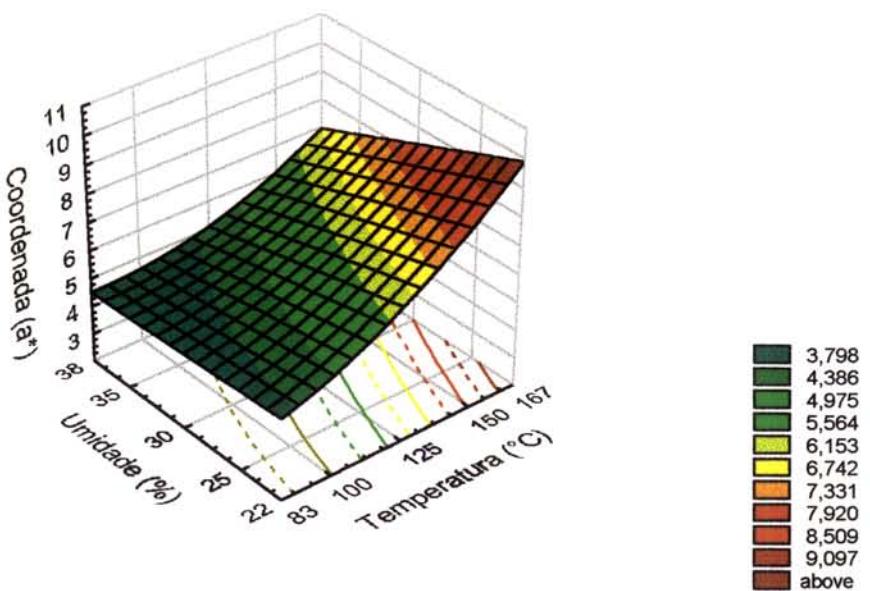
Pesquisas realizadas por SGARAMELLA & AMES (1993) apontaram que incrementos na temperatura de extrusão e nas quantidades de glicose e lisina, assim como a diminuição no conteúdo de umidade da matéria-prima, aumentaram a intensidade da cor dos extrusados, resultando em diminuição dos valores de  $L^*$  (luminosidade) e aumentos nos valores das coordenadas  $a^*$  (intensidade de vermelho) e  $b^*$  (intensidade de amarelo). Estudos conduzidos por NOGUCHI *et al.* (1982) apontaram perdas de lisina de até 40% por efeitos da reação de Maillard, dependendo das condições de temperatura de extrusão e umidade de processo. Entretanto, a velocidade de rotação da rosca não teve influência significativa.

MANOHARKUMAR *et al.* (1978) descreveram a importância das condições operacionais de extrusão na perda da cor do *grits* de milho, e indicaram que  $\Delta E^*$  define a diferença de cor entre o produto extrusado e a matéria-prima, e que este parâmetro reflete a influência das variáveis, sobretudo da energia aplicada em termos de temperatura e velocidade de rotação da rosca.

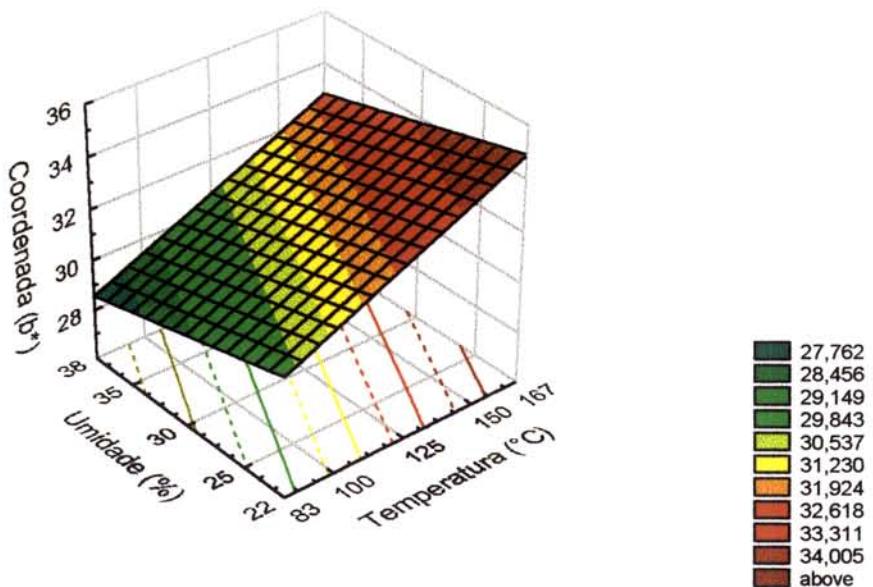
Nossos resultados são concordantes com as observações apontadas por outros pesquisadores, no sentido que, em condições severas, ocasionadas principalmente pela elevação da temperatura de extrusão, obtêm-se produtos mais escuros (diminuição no valor de  $L^*$ ) e aumentos nos valores das coordenadas  $a^*$ ,  $b^*$  e  $\Delta E^*$  (MOK *et al.*, 1984; BADRIE & MELLOWES, 1991; MARQUES, 1992).



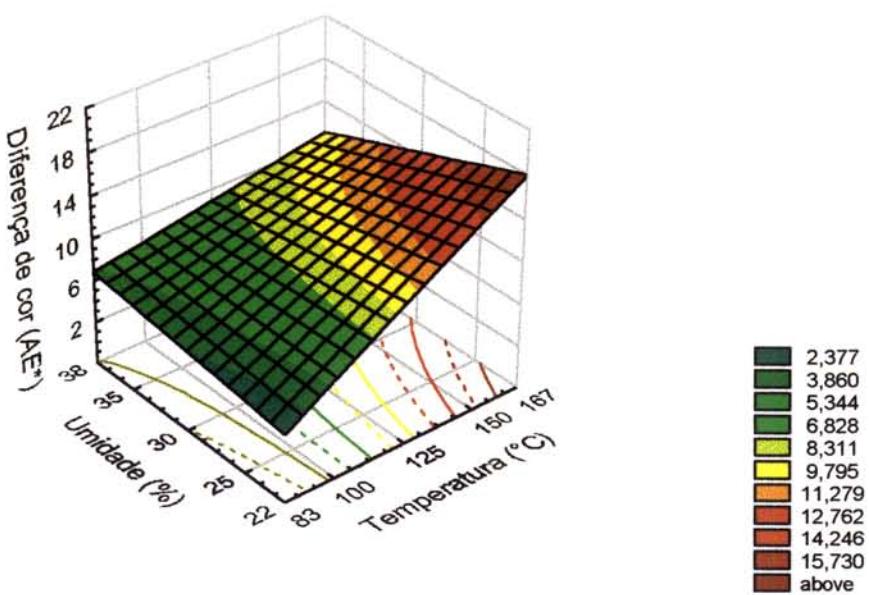
**Figura 13.** Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima sobre a luminosidade ( $L^*$ ) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 160 rpm).



**Figura 14.** Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima sobre a coordenada de cromaticidade ( $a^*$ ) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 160 rpm).



**Figura 15.** Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima sobre a coordenada de cromaticidade ( $b^*$ ) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 160 rpm).



**Figura 16.** Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima na diferença de cor ( $\Delta E^*$ ) da polpa de laranja (com velocidade de rotação de 160 rpm).

**4.4.4. EFEITO DAS VARIÁVEIS NA OTIMIZAÇÃO DOS PROCESSOS DE EXTRUSÃO DA POLPA DE LARANJA EM FUNÇÃO DA RESPOSTA GLOBAL OBSERVADA (RGO) E DE USO NA ELABORAÇÃO DE BISCOITOS TIPO “COOKIES”(ROB)**

Os resultados obtidos a partir das fórmulas estabelecidas para otimização dos processos de extrusão da polpa de laranja, em função da resposta global observada (RGO) e de otimização dos processos na elaboração de biscoitos tipo “cookies”(ROB), são apresentados na tabela 16.

**TABELA 16.** Efeito das condições de extrusão sobre a otimização da resposta global e na otimização do processo para elaboração de biscoitos tipo “cookies”

<b>ENSAIOS</b>	<b>VARIÁVEIS INDEPENDENTES</b>			<b>RESPOSTAS OTIMIZADAS</b>	
	<b>X<sub>1</sub></b>	<b>X<sub>2</sub></b>	<b>X<sub>3</sub></b>	<b>RGO</b>	<b>ROB</b>
01	100	25	140	5,82	0,192
02	150	25	140	6,92	0,659
03	100	35	140	5,76	0,242
04	150	35	140	6,69	0,648
05	100	25	180	5,83	0,218
06	150	25	180	6,82	0,652
07	100	35	180	5,86	0,259
08	150	35	180	6,53	0,574
09	125	30	160	6,60	0,507
10	125	30	160	6,46	0,515
11	125	30	160	6,59	0,531
12	125	30	160	6,66	0,599
13	125	30	160	6,50	0,525
14	125	30	160	6,36	0,444
15	83	30	160	5,79	0,184
16	167	30	160	6,93	0,685
17	125	22	160	6,81	0,626
18	125	38	160	6,23	0,592
19	125	30	126	6,55	0,578
20	125	30	194	6,60	0,624

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

**X<sub>1</sub>** = temperatura de extrusão (°C); **X<sub>2</sub>** = umidade da matéria prima (%); **X<sub>3</sub>** = rotação da rosca (rpm);  
**RGO** = resposta global otimizada; **ROB** = otimização do processo para elaboração de biscoitos.

As análises de variância (ANOVA) correspondentes aos modelos completos e ajustados estão indicados nos anexos 16 e 17. Já os modelos de regressão ajustados e a significância das variáveis independentes são mostrados na tabela 17.

**TABELA 17.** Modelos de regressão ajustados<sup>(1)</sup> e significância das variáveis independentes sobre a otimização da resposta global e na otimização do processo para elaboração de biscoitos tipo “cookies”.

VARIÁVEIS DEPENDENTES	Média das respostas	Desvio Padrão	R <sup>2</sup>	C.V. (%)
RGO	6,4155	0,1519	0,8760	2,3680
ROB	0,4927	0,0673	0,8644	13,6659
<b>RESPOSTAS</b>		<b>MODELOS DE REGRESSÃO AJUSTADOS<sup>1</sup></b>		
RGO. Y <sub>16a</sub> =		6,48 + 0,41x <sub>1</sub> - 0,09x <sub>2</sub> - 0,11x <sub>1</sub> <sup>2</sup> (0,043) (0,041) (0,041) (0,039)		
ROB. Y <sub>17a</sub> =		0,53 + 0,18x <sub>1</sub> - 0,56x <sub>1</sub> <sup>2</sup> (0,019) (0,018) (0,18)		
Efeito das Variáveis		Níveis de Significância (P <0,05)		
Independentes		<b>RGO</b>		<b>ROB</b>
<b>Intercepto</b>		0,0001*		0,0001*
<b>Linear</b>				
X <sub>1</sub>		0,0001*		0,0001*
X <sub>2</sub>		0,0152*		N.S.
X <sub>3</sub>		N.S.		N.S.
<b>Quadrático</b>				
X <sub>1</sub> <sup>2</sup>		0,0278*		0,0052*
X <sub>2</sub> <sup>2</sup>		N.S.		N.S.
X <sub>3</sub> <sup>2</sup>		N.S.		N.S.
<b>Interações</b>				
X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>		N.S.		N.S.
X <sub>1</sub> X <sub>3</sub>		N.S.		N.S.
X <sub>2</sub> X <sub>3</sub>		N.S.		N.S.

#### OBSERVAÇÕES GERAIS:

<sup>(1)</sup> Modelos de regressão Ajustados, com variáveis e valores codificados; ( ) erros padrões; RGO = resposta global otimizada; ROB = resposta otimizada para elaboração de biscoitos tipo “cookies”; R<sup>2</sup> = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; P = probabilidade; X<sub>1</sub> = temperatura de extrusão (°C); X<sub>2</sub> = umidade da polpa de laranja (%); X<sub>3</sub> = velocidade da rosca (rpm); (\*) = significativo a nível de 95% de confiança; N.S. = não significativo.

De acordo com as análises de variância, os modelos apresentaram bom ajuste aos dados experimentais ( $R^2 = 0,9045$  e  $0,8780$ ). Eliminando os coeficientes não significativos através do procedimento PROC – GLM/SAS obtiveram-se os modelos ajustados (tabela 17).

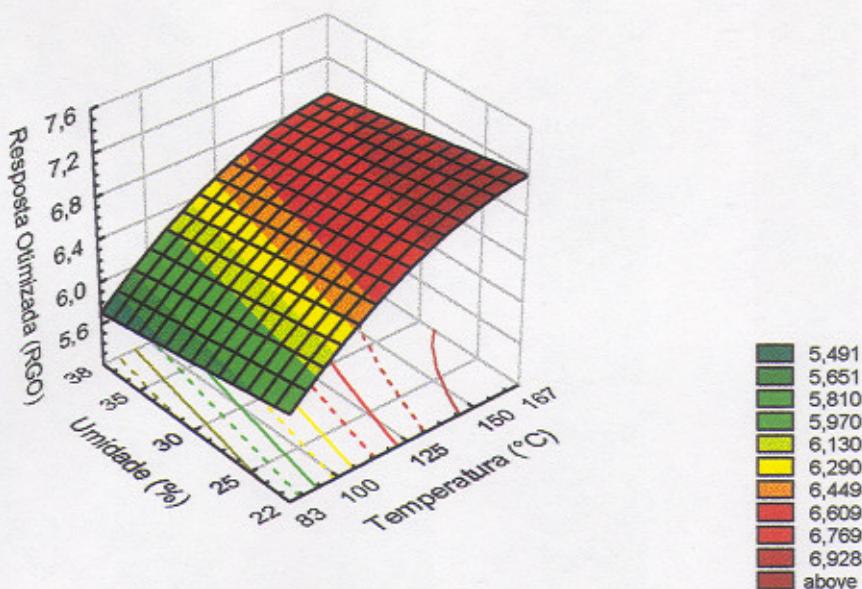
A análise de significância permite observar que as respostas: global otimizada (RGO) e resposta otimizada para elaboração de biscoitos (ROB), foram influenciados significativamente pelos efeitos lineares e quadráticos da temperatura de extrusão ( $X_1$ ) ( $X_1^2$ ); entretanto, o efeito linear da umidade da matéria prima ( $X_2$ ) também teve influencia na otimização da resposta global (RGO).

O ajuste dos modelos ocasionou pequenas diminuições nos valores dos coeficientes de determinação ( $R^2 = 0,8760$  e  $0,8644$ ), ao contrario os valores de  $F_c$  e  $F_t$  para RGO (37,66 vs 3,24) e ROB (54,19 vs 3,59) mostraram que as equações são altamente significativas. Como os modelos não apresentam evidência de falta de ajuste, eles podem ser utilizados para representar os valores das respostas otimizadas nas regiões estudadas. Uma vez que a rotação da rosca não foi uma variável significativa em ambos os casos, recomenda-se o emprego da rotação mais baixa (126 rpm), por implicar um menor consumo de energia.

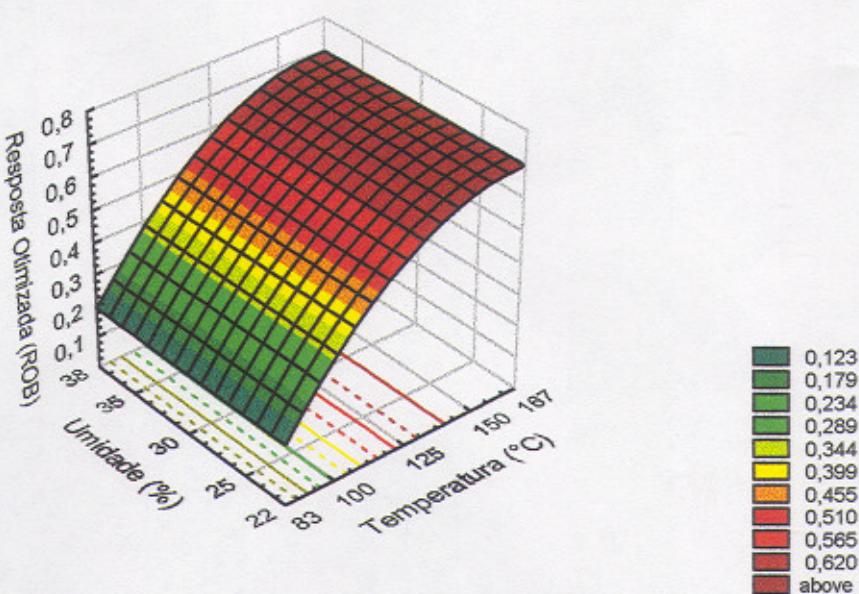
As figuras 17 e 18 apresentam os diagramas de superfície de resposta gerados a partir dos modelos matemáticos ajustados. Observa-se que, fixando a rotação da rosca na velocidade de 126 rpm, o máximo valor da resposta global otimizada em função dos resultados obtidos (RGO) é alcançada na faixa de temperaturas compreendidas entre 145 e 167°C; quando os conteúdos de umidade variaram entre 22 e 28%. Enquanto que os maiores valores da resposta otimizada para elaboração de biscoitos (ROB), foram observados na faixa de temperaturas de 140 – 167°C para níveis de umidade de 22 até 38%.

Desta maneira, os parâmetros mais adequados para otimização do processo de extrusão em função da resposta global observada (RGO) ficaram estabelecidas em: Temperatura: 145°C; Umidade: 22% e velocidade de Rotação da rosca: 126 rpm.

Entretanto, os parâmetros mais adequados para otimização do processo em função de uso da polpa de laranja extrusada como substituto da farinha para elaboração de biscoitos (ROB), foram estabelecidos como: Temperatura: 140°C; Umidade: 22% e velocidade de Rotação da rosca: 126 rpm.



**Figura 17.** Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima na otimização da resposta global em função dos resultados observados (RGO), (com velocidade de rotação de 126 rpm).



**Figura 18.** Efeito da temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima na otimização da resposta para elaboração de biscoitos (ROB), (com velocidade de rotação de 126 rpm).

#### **4.5. COMPOSIÇÃO QUÍMICA DA POLPA DE LARANJA EXTRUSADA**

A tabela 18 apresenta a composição química da polpa de laranja extrusada, otimizada em função das respostas observadas (RGO), ou quando as condições de processo foram estabelecidas em: 145°C; 22% de umidade e 126 rpm.

**TABELA 18.** Composição química da polpa de laranja extrusada

COMPONENTES	CONCENTRAÇÕES (%) <sup>1</sup>
Proteínas <sup>3</sup>	8,65
Lipídios	2,04
Cinzas	2,79
Fibra alimentar total	69,78
Fibra alimentar insolúvel <sup>2</sup>	33,40
Fibra alimentar solúvel <sup>2</sup>	36,38
Açucares totais	14,35

<sup>(1)</sup> Valor expresso em base seca, média de três repetições

<sup>(2)</sup> Determinado pelo método de Prosky

<sup>(3)</sup> N x 6,25

O processo de extrusão promoveu uma redistribuição de fibra alimentar insolúvel (FAI) para fibra alimentar solúvel (FAS). Observa-se, pela tabela 18, que FAI experimentou uma queda de 39,06%, enquanto que FAS aumentou em 81,35% quando comparado com a polpa de laranja sem extrusar (Tabela 7). Estes resultados tem similaridade com os dados relatados por outros pesquisadores, no sentido de que, após processamento de extrusão, geralmente ocorrem incrementos nos valores de FAS e reduções nos conteúdos de FAI, o que seria atribuído a uma parcial solubilização da fibra, possivelmente sem chegar a uma completa degradação da estrutura polimérica (ANDERSON & CLYDESDALE, 1980; ROBERSTON & EASTWOOD, 1981; BJÖRCK *et al.*, 1984; CAPREZ *et al.*, 1986; SILJESTROM *et al.*, 1986; FORNAL *et al.*, 1987; RALET *et al.*, 1991; RALET *et al.*, 1993; WANG *et al.*, 1993; GOURGUE *et al.*, 1994).

O conteúdo de FAT apresentou uma diminuição de 7,0% como consequência do processo, valor este muito similar ao reportado por RALET *et al.* (1991) para polpa de beterraba extrusada. O efeito foi atribuído à fragmentação e solubilização de alguns polímeros, que não teriam sido totalmente recuperados durante a precipitação alcoólica.

Proteínas e lipídios apresentaram diminuições de 11,64% e 16,05%, respectivamente, provavelmente como consequência da participação das proteínas nas reações de escurecimento não enzimático e pela oxidação dos lipídios devido às condições do processo. Os conteúdos de cinzas e açúcares totais no extrato alcoólico apresentaram aumentos de 4,89% e 54,80% como resultado da solubilização dos constituintes da fibra (RALET *et al.*, 1991).

#### **4.6. COMPOSIÇÃO DA FIBRA ALIMENTAR DA POLPA DE LARANJA EXTRUSADA**

A tabela 19 mostra a composição da fibra alimentar da polpa de laranja extrusada às condições de 145°C, 22% de umidade e 126 rpm.

**TABELA 19.** Composição da fibra da polpa de laranja extrusada.

COMPONENTE	QUANTIDADE (%) <sup>1</sup>
Fibra Detergente Neutra <sup>2</sup>	31,21
Fibra Detergente Ácida <sup>3</sup>	28,79
Celulose	24,74
Hemicelulose	2,42
Lignina	4,05
Substâncias pécticas <sup>4</sup>	40,07

(<sup>1</sup>) Base seca, média de duas repetições

(<sup>2</sup>) FDN (celulose + hemicelulose + lignina)

(<sup>3</sup>) FDA (celulose + lignina)

(<sup>4</sup>) Ácido anidrourônico

Os constituintes de fibra detergente neutra (FDN), fibra detergente ácida (FDA) e celulose não apresentaram maiores mudanças quando comparadas com a polpa de laranja sem extrusar. Já as hemiceluloses experimentaram uma queda de 54,76% como consequência da solubilização da fibra (RALET *et al.*, 1991). Por sua vez, HELLER *et al.* (1977) estabeleceram uma relação direta entre a redução do tamanho de partícula e a diminuição no conteúdo de hemiceluloses, indicando que nessas condições estes constituintes são mais facilmente solubilizados, especialmente se as condições foram ácidas ou alcalinas.

O conteúdo de lignina foi incrementado em 46,21%, provavelmente como consequência da formação de compostos derivados da reação de Maillard. ANDERSON & CLYDESDALE (1980) submeteram o farelo de trigo (2,87% de lignina) a um aquecimento direto (torrado) a

177°C. Após 30 e 60 minutos, as amostras foram cada vez mais escuras, e os conteúdos de lignina aumentaram para 4,28% e 12,02%, respectivamente. Estes resultados são concordantes com os reportados por VAN SOEST (1965); o pesquisador relatou que o aquecimento de farelo de trigo acima de 50°C leva à formação de produtos resultantes da reação de Maillard, os mesmos que são insolúveis em solução de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (72%) e que são isolados juntamente com a fração de lignina verdadeira.

O conteúdo de pectina experimentou um aumento de 13% com relação à polpa não extrusada, provavelmente por alteração na estrutura da protopectina, permitindo a liberação dos ácidos urônicos (RALET *et al.*, 1991).

Estudos realizados por PORZIO & BLAKE (1983), em polpa de laranja seca por rolos aquecidos (Drum Dryer), mostraram conteúdos de pectina entre 42,41 e 45,22% para laranjas da variedade Hamlin, e entre 48,5 e 54,34% para laranjas da variedade Valência; estes valores são expressos em base seca e livre de açúcares; entretanto, foi indicado que eles podem conter algumas hemiceluloses como consequência do método utilizado na determinação.

#### **4.7. GRANULOMETRIA DA POLPA DE LARANJA EXTRUSADA**

A distribuição percentual do tamanho de partícula da polpa de laranja extrusada a 145°C, 22% de umidade e 126 rpm, é apresentada na tabela 20.

**TABELA 20.** Distribuição percentual dos tamanhos de partícula da polpa de laranja extrusada

<b>Mesh<sup>1</sup></b>	<b>Abertura (mm)</b>	<b>Fração (%)</b>
20	0,840	0,10
32	0,500	0,12
35	0,420	0,62
60	0,250	11,02
80	0,177	45,20
100	0,149	17,92
Fundo	< 0,149	25,98

<sup>(1)</sup>Número de fios por polegada linear

Após processamento de extrusão, as amostras foram moídas em moinho BRABENDER; observa-se que 11,76% das partículas ficaram retidas nas peneiras 32, 35 e 60 mesh, sendo constituídas de tamanho médio (250 a 840 µm). Já 89,10% das partículas foram retidas entre o

fundo e a peneira de 80 mesh (177 µm), sendo assim constituídas por partículas de tamanho pequeno (< 250 µm). Daí pode-se concluir que o processo de extrusão modificou pronunciadamente o diâmetro de partículas em relação à polpa de laranja sem extrusar, mostrando uma maior redução de tamanho.

#### **4.8. EFEITO DO PROCESSO DE EXTRUSÃO NA ESTRUTURA MOLECULAR DA PECTINA DE POLPA DE LARANJA**

A tabela 21 apresenta os resultados de massas moleculares calculadas a partir da viscosidade intrínseca de pectinas isoladas da polpa de laranja submetida a diferentes condições de extrusão.

**TABELA 21.** Massas moleculares de pectinas isoladas após processo de extrusão

<b>ENSAIOS</b>	<b>VARIÁVEIS DO PROCESSO</b>			<b>[<math>\eta_0</math>]</b> (mL/g)	<b>MM</b> (Dalton)
	<b>X<sub>1</sub></b>	<b>X<sub>2</sub></b>	<b>X<sub>3</sub></b>		
PCC	----	----	----	3,66	77.872,34
PPLNE	----	----	----	2,79	59.361,70
PPLE <sub>1</sub>	100	25	140	1,16	24.680,85
PPLE <sub>2</sub>	125	22	160	0,84	17.872,34
PPLE <sub>3</sub>	125	30	160	0,76	16.170,21
PPLE <sub>4</sub>	125	38	160	0,68	14.468,09
PPLE <sub>5</sub>	145	22	126	0,67	14.255,32
PPLE <sub>6</sub>	167	30	160	0,28	5.957,45

#### **OBSERVAÇÕES GERAIS:**

[ $\eta_0$ ] = viscosidade intrínseca (mL/g); MM = massa molecular (Dalton); X<sub>1</sub> = temperatura (°C); X<sub>2</sub> = umidade (%); X<sub>3</sub> = velocidade da rosca (rpm); PCC = pectina cítrica comercial; PPLNE = pectina de polpa de laranja não extrusada, PPLE = pectina de polpa de laranja extrusada.

Todas as amostras de pectina apresentam massas moleculares médias compreendidas entre 1.000 e 100.000 Dalton (CHEFTEL & CHEFTEL, 1976); entretanto, a massa molecular da pectina cítrica comercial foi maior do que a da pectina da polpa de laranja não extrusada, diferenças que seriam explicadas possivelmente em razão da natureza e características de cada uma delas.

Como esperado, o processamento de extrusão ocasionou diminuições na massa molecular das amostras de pectina, provavelmente devido à fragmentação das cadeias principais de rhamnogalacturonana, por efeitos da temperatura e atrito mecânico. A redução da massa molecular da pectina de polpa de laranja foi bem mais pronunciada quando as condições do processo foram mais severas (167°C, 30% umidade, 160 rpm), mostrando um baixo peso molecular (5.954,45 dalton) quando comparada com a pectina isolada da polpa sem extrusar (59.361,70 dalton). Já condições menos severas, principalmente de temperatura e rotação da rosca (100°C, 25% umidade, 140 rpm), promoveram menores quedas no valor da massa molecular (24.680,85 dalton). Estes fatos são concordantes com observações apontadas por MERRIL & WEEKS (1945) e LUH *et al.* (1984), no sentido de que as substâncias pécticas podem sofrer redução da massa molecular, em consequência da fragmentação de suas cadeias por hidrólise enzimática ou pela quebra de ligações químicas induzidas pelo calor.

LUH *et al.* (1984) notaram que variedades de tomate contendo pectina de elevada massa molecular produziram pastas de alta consistência. Foi observado que, após processo de aquecimento, definitivamente ocorreram diminuições da massa molecular média dos ácidos pectínicos determinados através da viscosidade intrínseca.

O efeito do cisalhamento sobre a viscosidade intrínseca também foi estudado em soro de tomate concentrado. Assim, as massas moleculares das amostras submetidas a efeitos de cisalhamento foram bem menores com relação às não cisalhadas, permitindo concluir que o tamanho das substâncias pécticas, ou de outras macromoléculas que são importantes constituintes do soro de tomate, foram reduzidas pelo processo (TANGLERTPAIBUL & RAO, 1987).

RALET *et al.* (1991) observaram que pectina isolada da polpa de beterraba processada com extrusor dupla rosca (180°C, 20% umidade, 250 rpm) e pectina da mesma polpa, pré-tratada com solução de HCl 0,05M (30 min, 85°C) apresentaram viscosidades intrínsecas de 1,10 e 3,10 mL/g, respectivamente, e massas moleculares de 25.100 e 54.400 dalton. Os conteúdos de ácido galacturônico, arabinose e ramnose foram significativamente elevados na amostra extrusada; os conteúdos de lactose foram similares em ambas as pectinas, enquanto que os graus de metilação e acetilação foram maiores no produto extrusado. Estes resultados sugerem que o processo de extrusão essencialmente degradou a cadeia principal de ácido rhamnogalacturônico e teve pouco efeito nas cadeias laterais.

HWANG & KOKINI (1992) submeteram a pectina de maçã a um processo de lavagem com solução de álcool ácido (1,0% v/v), observando logo uma diminuição na massa molecular, provavelmente devido à clivagem das ligações glicosídicas das cadeias laterais por efeito do processo.

#### **4.9. EFEITO DA FIBRA DE POLPA DE LARANJA NA VELOCIDADE DE DIFUSÃO DA GLICOSE**

A tabela 22 mostra os resultados do índice de retardamento da difusão da glicose na presença de fibra da polpa de laranja não extrusada e polpa extrusada em diferentes condições de processo.

**TABELA 22.** Efeito da fibra de polpa de laranja na velocidade de difusão da glicose

Tratamento	Diálise por 30 min		Diálise por 60 min	
	glicose dialisada (mmol/L)	IRG (%)	glicose dialisada (mmol/L)	IRG (%)
CO	0,81	0,00	1,20	0,00
FNE	0,71	12,35	1,10	8,33
FEO	0,60	25,92	0,98	18,33
FE <sub>16</sub>	0,66	16,04	1,06	11,66
FE <sub>18</sub>	0,68	18,51	1,02	15,00
CO <sup>(1)</sup>	1,11	0,00	1,50	0,00
PC <sup>(1)</sup>	0,66	40,60	0,99	34,00
GG <sup>(1)</sup>	0,60	45,90	0,85	43,30

#### **OBSERVAÇÕES GERAIS:**

IRG = índice de retardamento na difusão da glicose (%); CO = controle (glicose); FNE = fibra não extrusada; FEO = fibra extrusada otimizada (145°C, 22% umidade, 126 rpm); FE<sub>16</sub> = fibra extrusada (167°C, 30% umidade, 160 rpm); FE<sub>18</sub> = fibra extrusada (125°C, 38%, 160 rpm); (1) = segundo ADIOTOMRE *et al.*, (1990); PC = pectina comercial; GG = goma guar.

A análise dos resultados permite observar que as amostras extrusadas apresentaram maior índice de retardamento de difusão da glicose (16,04 – 25,92%); após 30 minutos de diálise.

Após 60 minutos, o índice de retardamento para os produtos extrusados situou-se entre 11,66 e 18,33%, enquanto que a polpa de laranja sem extrusar apresentou um valor de 8,33%.

Conforme relatado por vários pesquisadores, a difusão da glicose está diretamente relacionada com o conteúdo de fibra solúvel e com a viscosidade da solução (EBIHARA and KIRIYAMA, 1982; RAINBIRD *et al.*, 1984; JENKINS *et al.*, 1986; WOOD *et al.*, 1990; GOURGUE *et al.*, 1992; GOURGUE *et al.*, 1994).

Nossos resultados foram relativamente superiores aos apontados por GOURGUE *et al.* (1994) para cascas extrusadas de laranja (11,9 – 13,5%) e limão (11,3 – 11,5%). Entretanto, eles são inferiores quando comparados com valores de índice de retardação de glicose para fibra de manga (19,5 – 28,4%), conforme reportados por GOURGUE *et al.* (1992). Pectina comercial e goma guar apresentaram valores de 34 e 43,3%, respectivamente (ADIOTOMRE *et al.*, 1990).

Altos valores de índice de retardação de glicose são muito importantes, já que pesquisas realizadas por WOOD *et al.* (1990) mostraram que goma de aveia (parcialmente purificada) e goma guar contendo altos teores de fibra solúvel foram efetivas em reduzir os níveis de glicose pós-prandial em pessoas normais. Assim mesmo, estudos *in vitro* mostraram que ambas as gomas ocasionaram uma redução na velocidade de diálise da glicose quando comparada com a velocidade de difusão em ausência de fibras.

ADIOTOMRE *et al.* (1990) avaliaram a velocidade de difusão da glicose em presença de diferentes tipos de fibras em estudos conduzidos *in vitro*; os pesquisadores observaram uma marcada diferença entre os efeitos das fibras insolúveis e solúveis através de processos de diálise. Todas as gomas com elevada capacidade para formar gel viscoso (guar, pectina, tragacanto, karaya, xantana e carboximetilcelulose) retardaram significativamente a diálise da glicose. Somente uma fibra solúvel (goma arábica) que não forma solução viscosa, teve moderado efeito, similar às fibras insolúveis.

JENKINS *et al.* (1978) compararam os efeitos do consumo de vários tipos de fibras com 50g de glicose, e observaram que em geral as fibras solúveis foram mais efetivas na diminuição da glicose sanguínea, sendo a mais eficiente a goma guar (uma galactomanana).

Estudos realizados por AREAS (1994) indicaram que polpa de laranja seca por rolos aquecidos (Drum Dryer) reduziu a biodisponibilidade da glicose, resultando na redução da glicemia em animais diabéticos.

#### **4.10. EFEITOS DA POLPA DE LARANJA NA VELOCIDADE DE HIDRÓLISE ENZIMÁTICA DO AMIDO**

A sensibilidade do amido à  $\alpha$ -amilase é definida como a quantidade de glicídios solúveis em uma solução de etanol a 95°GL, formados pela ação enzimática e expressos em percentagem de amido introduzido inicialmente (TOLLIER & GUILBOT, 1971).

Os resultados da hidrólise enzimática do amido de batata (controle), amido + fibra não extrusada (AFNE) e amido + fibra extrusada (AFE) nas condições de 145°C, 22% umidade e 126 rpm são apresentadas na tabela 23. O comportamento da hidrólise em cada um dos tratamentos é apresentado na figura 19. Já os valores de velocidade inicial (Vi), velocidade final (Vf) e fração facilmente hidrolisável (FH) estão indicados na tabela 25.

**TABELA 23.** Efeito da polpa de laranja na velocidade de hidrólise do amido

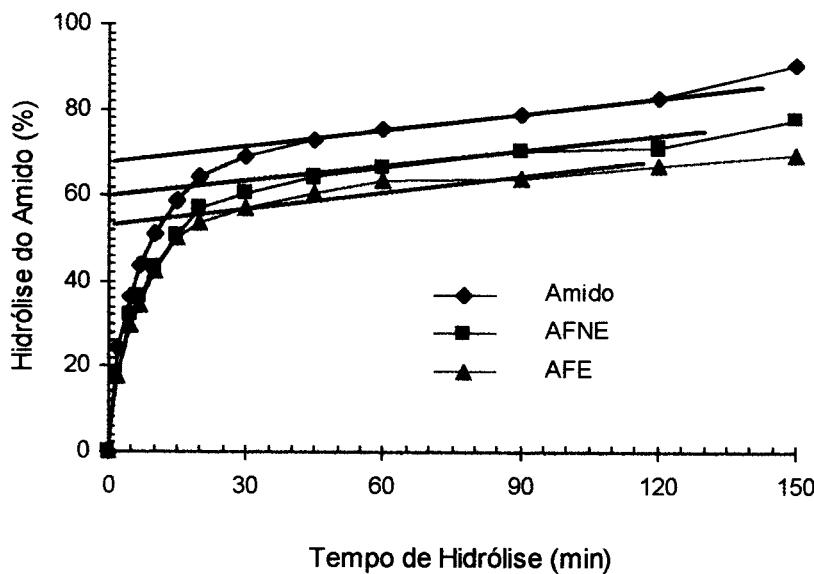
TEMPO (min)	AMIDO (%)	AFNE (%)	AFE (%)
0	0	0	0
2	24,26	18,02	17,48
5	36,61	32,12	29,64
7	43,91	36,61	34,39
10	51,17	43,41	42,68
15	58,85	50,83	50,36
20	64,33	56,92	53,73
30	68,98	60,36	57,05
45	73,14	64,51	60,71
60	75,36	66,63	63,55
90	78,78	70,57	63,81
120	82,76	71,23	67,06
150	90,68	77,82	69,40

AFNE = amido + fibra da polpa de laranja não extrusada; AFE = amido + fibra da polpa de laranja extrusada.

**TABELA 24.** Análise de variância correspondente à hidrólise do amido em presença de fibra de polpa de laranja

CV	SQ	GL	QM	Fc	P < 0,05
Tratamento	855,75	2	427,8748	1,277781	0,292082
Resíduo	11050,30	33	334,8577		
Total	11906,05	35			

CV = causas de variação; SQ = soma quadrática; GL = graus de liberdade; QM = média quadrática; Fc = F calculado; P = probabilidade



**Figura 19.** Cinética enzimática do amido de batata “in vitro” usando  $\alpha$ -amilase pancreática porcina (Sigma 29 U/mg) em pH neutro a 37°C. Fibra é adicionada em proporção de 10:2,5 (amido/FAT); AFNE = amido + fibra da polpa laranja não extrusada; AFE = amido + fibra da polpa de laranja extrusada.

**TABELA 25.** Características das curvas de hidrólise enzimática do amido em presença de fibra da polpa de laranja

AMOSTRA	Vi (%)	Vf (%)	FH (%)
AMIDO	36,61	0,85	68
AFNE	32,12	0,65	60
AFE	29,63	0,33	54

#### OBSERVAÇÕES GERAIS:

Vi = Velocidade inicial de hidrólise, é a quantidade de glúcides que aparecem durante os primeiros 5 min. do ataque enzimático; Vf = Velocidade final de hidrólise, é a quantidade média de glúcides que aparecem em 5 min depois da primeira hora do ataque enzimático ( $D_{150} - D_{60}/18$ ); FH = fração facilmente hidrolisável, determinada graficamente por extrapolação da parte linear da curva de hidrólise; AFNE = amido + fibra da polpa de laranja não extrusada; AFE = amido + fibra da polpa de laranja extrusada.

A análise da figura 19 permite afirmar que, durante os primeiros 15 minutos de degradação enzimática, o amido foi rapidamente hidrolisado pela  $\alpha$ -amilase adicionada inicialmente. Em todos os casos, a velocidade foi diminuindo gradativamente até aproximadamente 45 minutos, depois da qual as curvas adquiriram um comportamento quase linear.

A análise de variância (tabela 24) indicou que não existe diferença estatisticamente significativa entre os tratamentos ( $P < 0,05$ ). Entretanto, pequenas diferenças foram observadas nas velocidades iniciais das amostras. Assim: amido (controle), AFNE e AFE apresentaram valores de 36,61; 32,12 e 29,64%, respectivamente. Observa-se que, a partir dos 10 primeiros minutos, a fibra da polpa de laranja extrusada ocasionou uma queda estatisticamente significativa ( $P= 0,0475$ ) na velocidade de hidrólise quando comparados com o controle (anexos 19, 20 e 21); a ação da pectina parece se manifestar logo após um período de tempo. GOLD *et al.* (1980) observaram que o consumo de um alimento constituído por 300g de bife de carne, 200mL de suco de laranja contendo 100g de glicose e 10g de pectina foi efetivo em diminuir significativamente os níveis de glicose sanguínea em um grupo de seis pessoas saudáveis, somente após 60 e 90 minutos de ingestão.

As velocidades finais (0,85; 0,65; 0,33%) e as frações facilmente hidrolisáveis (68; 60; 54%) também evidenciaram diminuições. Entretanto, no final do tempo de incubação, 90,68% de amido foi hidrolisado na amostra controle, enquanto que 77,82 e 69,40% de amido sofreram hidrólise na presença das fibras. Provavelmente, a redução na velocidade amilolítica está ligada aos efeitos combinados da viscosidade da fibra e ao baixo pH ocasionado pela presença de ácido cítrico. O efeito do pH foi estudado por CONE (1991); este pesquisador observou que uma redução deste parâmetro durante a incubação do amido com fluido do rúmen promoveu uma queda na degradação do amido.

Estudos *in vitro* conduzidos por GOURGUE *et al.* (1994) mostraram que, quando a atividade enzimática foi realizada em condições de pH neutro, nenhuma diferença foi observada entre a velocidade de hidrólise do controle e a hidrólise com adição de fibras de cascas extrusadas de laranja e limão. Quando a acidez inicial da fibra não foi suficientemente neutralizada pela baixa molaridade da solução tampão, uma notável diminuição na hidrólise do amido ocorreu durante os primeiros 10 minutos.

GOURGUE *et al.* (1992) notaram que fibra de manga modificou a degradação enzimática do amido *in vitro*, ocasionando quedas na velocidade final de hidrólise e no conteúdo total de amido. A velocidade inicial não foi grandemente afetada pela presença destas fibras. Segundo os pesquisadores, o fato pode ter acontecido por um efeito direto da fibra na atividade amilolítica, devido à adsorção da enzima pela fibra, ou a uma diminuição da atividade enzimática por efeito da viscosidade e modificação do pH do meio.

LIENER & KAKADE (1980) e HANSEN & SCHULZ (1982) indicaram que a presença de inibidores solúveis relacionados com a fibra não purificada pode também influenciar o deslocamento da enzima até o substrato.

Pesquisas realizadas com farelo de trigo e goma guar em concentrações de 5g/L diminuíram a atividade amilolítica em 40 e 12%, respectivamente. A perda da atividade enzimática na presença de farelo de trigo foi relacionada com a adsorção da enzima pelas hemiceluloses e pela presença de inibidores enzimáticos na fibra (LIENER & KAKADE, 1980). No caso da goma guar, a diminuição da velocidade foi estreitamente relacionada com sua viscosidade ( $300 \text{ mPa.s}$ ,  $14 \text{ s}^{-1}$ ).

Estas observações indicam que fibra da polpa de laranja pode ser utilizada no controle de glicose plasmática, e incorporada diretamente aos alimentos em forma não purificada como ingrediente na produção de alimentos com alto conteúdo de fibra, diminuindo assim os efeitos negativos ocasionados pela adição de fibras purificadas (GOURGUE *et al.*, 1994).

#### **4.11. MICROSCOPIA ELETRÔNICA**

##### **4.11.1. Microscopia ótica**

Os resultados das observações de microscopia ótica da polpa de laranja não extrusada e extrusada, coradas com safranina, azul de toluidina e lugol, são mostradas nas figuras 20, 21 e 22, respectivamente.

As observações em microscópio ótico foram efetuadas com amostras hidratadas, o que permitiu a descompactação do material; desta forma, a principal característica do tratamento que foi relativa a extração dos compostos pecticos dos tecidos pode ser visualizada sobretudo nas figuras 21B, 21C e 21D do material extrusado.

Ficou também evidente que a polpa de laranja é morfologicamente caracterizada pelas vesículas de suco que conservam estrutura mais péctica, evidenciada pela metacromasia em azul de toluidina, tanto na matéria-prima como no produto extrusado (Figura 21).

Entretanto, em termos de massa, prevaleceu a presença celulósica das paredes dos gomos que perderam pouca massa durante o processo de extrusão e mantiveram a estrutura porosa do produto. Estes resultados eram esperados, desde que pesquisas realizadas por BRAVERMAN (1949) apontaram que a polpa proveniente de laranjas maduras é caracterizada essencialmente como material celulósico e péctico.

As micrografias obtidas nas amostras corada com lugol mostraram apenas presença de traços de amido, os mesmos que estariam presentes em quantidades aproximadas de 0,1%, conforme determinado no campo do microscópio (Figura 22).

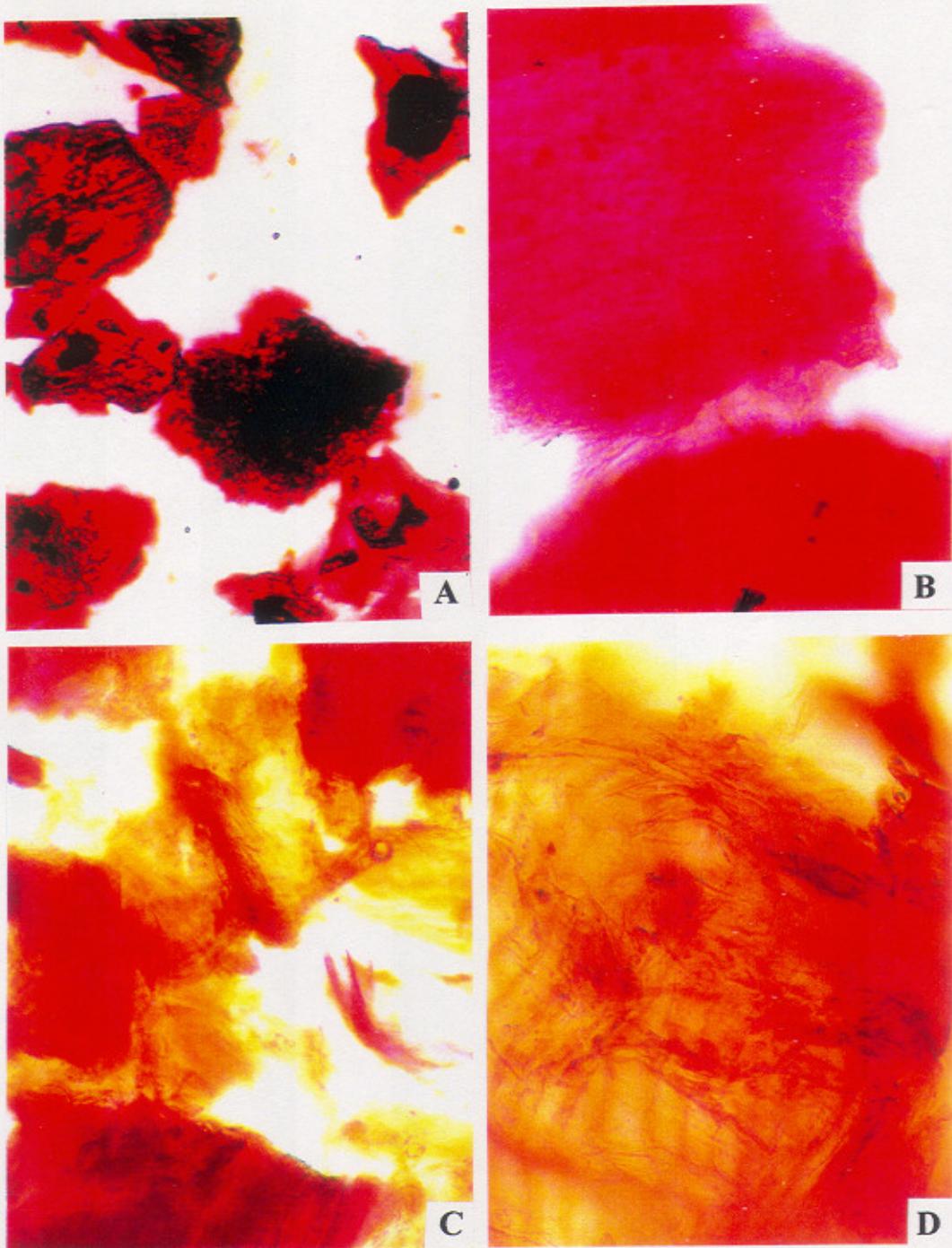
Finalmente, uma característica marcante entre a amostra extrusada e não extrusada, foi que ambas, quando hidratadas, tinham comportamento totalmente diferente: o produto sem extrusar permanecia precipitado no fundo do becker, enquanto que o material extrusado embebia-se de tal forma que era necessário acrescentar um segundo volume de água para permitir estender o material sobre a lâmina de observação a ser colocada no microscópio.

#### **4.11.2. Microscopia Eletrônica de Varredura**

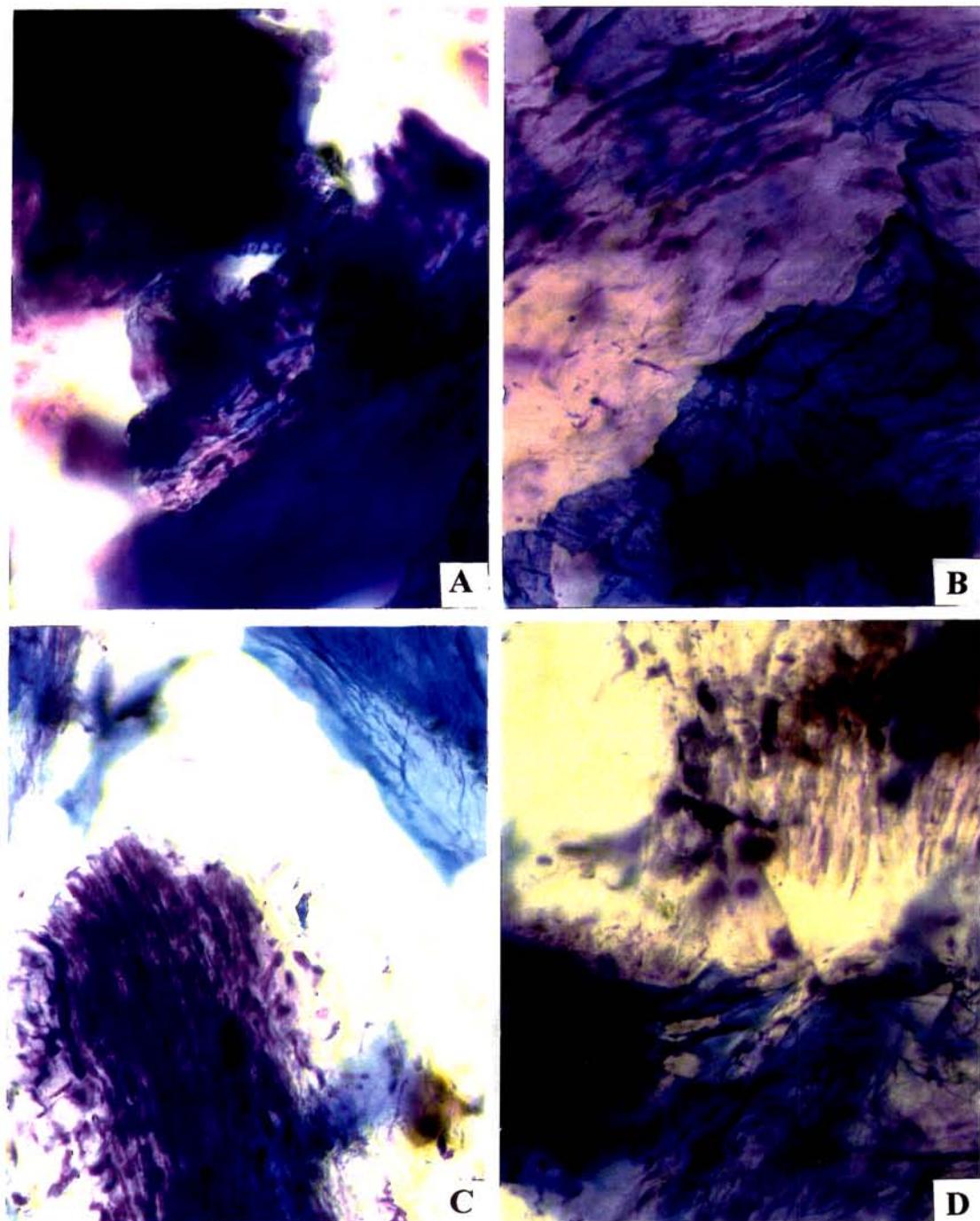
As observações ao microscópio eletrônico de varredura, devido à necessária desidratação das amostras, diminuíram as diferenças existentes entre as matérias antes da extrusão e após processamento de extrusão (figura 23).

O estudo demonstrou que a polpa de laranja desidratada continua com estrutura porosa e que, após extrusão sob os parâmetros utilizados, conserva a estrutura do tecido vegetal e promove discreta fragmentação. A estrutura porosa da matéria-prima e a conservação desta na matéria extrusada pode ser evidenciada na figura 23.

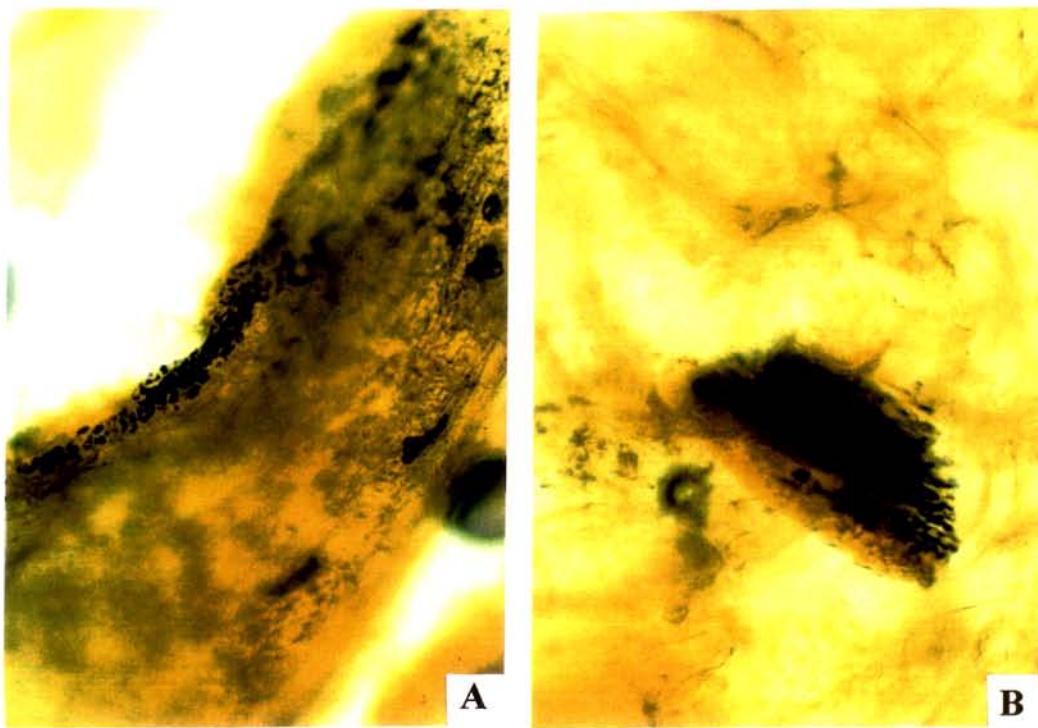
Pesquisas realizadas por ARTZ *et al.* (1990) apontaram que os efeitos da extrusão na conformação estrutural das fibras dependem das condições operacionais, principalmente da temperatura de processo. Assim, a extrusão de farelo de milho a 90°C promoveu uma discreta quebra na estrutura da fibra, enquanto que temperaturas de 150°C promoveram maiores mudanças estruturais, conforme indicado pela microscopia eletrônica de varredura.



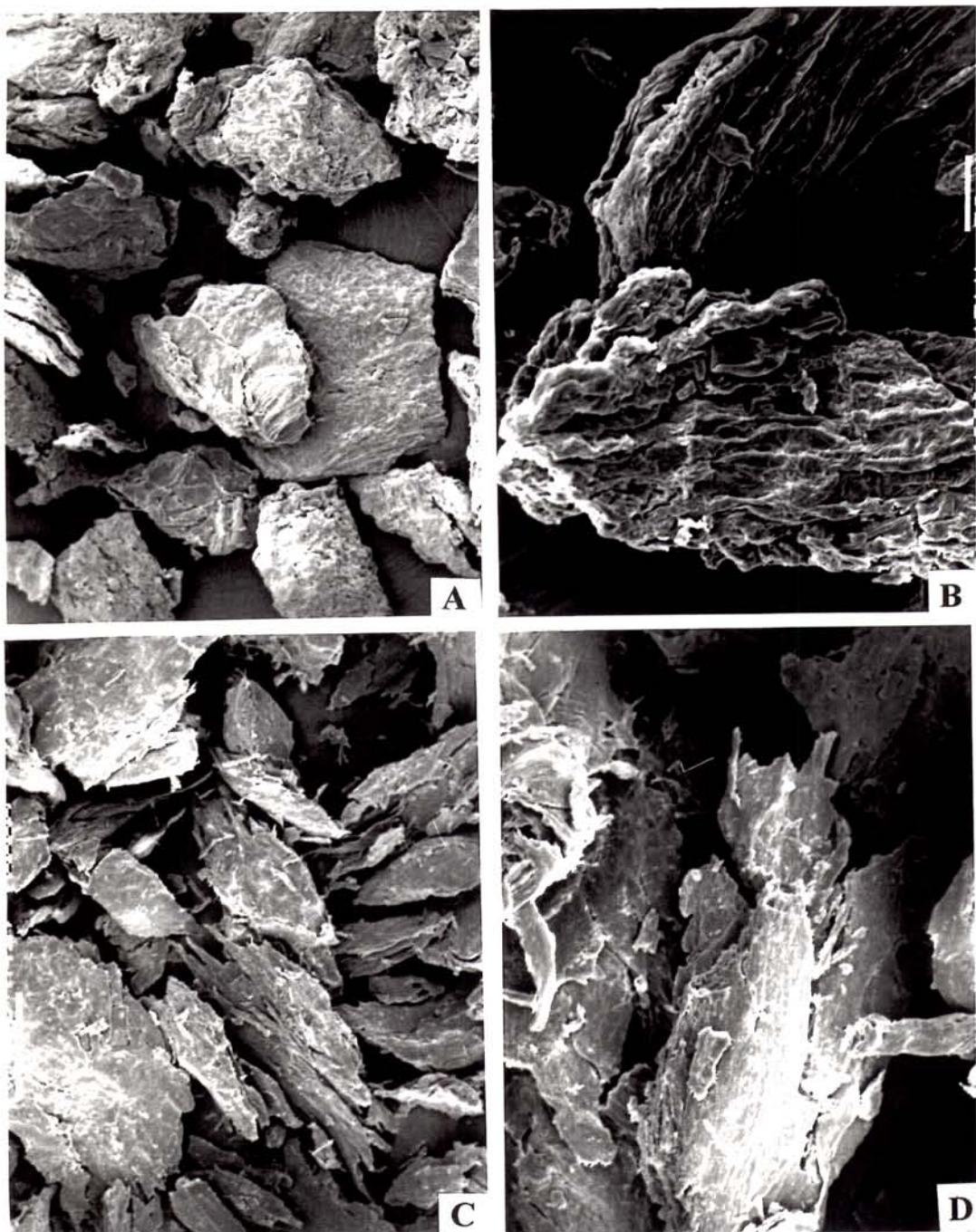
**FIGURA 20.** Micrografias óticas da polpa de laranja corada com safranina: A- não extrusada: mostra vesículas de suco em 32x de aumento; o sombreamento interno das paredes é um artefato de iluminação devido à superfície ondulada das paredes do tecido; B- não extrusada: mostra em 125x que as vesículas de suco ou o endocarpo dos gomos apresentam o tecido estruturado, embora estejam amassados e recortados; C, D- extrusada: mostram em 125x de aumento que a extrusão não desintegrou as porções mais resistentes do endocarpo dos gomos.



**FIGURA 21.** Micrografias óticas da polpa de laranja corada com azul de toluidina (125x): **A-não extrusada:** coloração em azul mostra regiões do endocarpo onde prevalece a celulose, e regiões em rosa violeta, onde a pectina confere metacromatide ao corante; **B- extrusada:** o tecido celulósico em azul do endocarpo é pouco denso, e os orifícios celulolíticos estão separando-se na margem inferior da figura. As vesículas de suco vazias e elongadas, em coloração violeta metacromática, demonstram composição mais rica em material péctico; **C,D-extrusada:** mostram sucessão de formas separadas nitidamente em endocarpo mais resistente e celulósico das paredes do gomo, e vesículas de suco de natureza mais péctica aderidas aos gomos.



**FIGURA 22.** Micrografias óticas da polpa de laranja corada com lugol, sob 125x de aumento. **A- polpa não extrusada:** demonstra um fragmento do endocarpo ou membrana carpelar com presença de amido; **B- polpa extrusada:** mostra que a reação de lugol estende-se para o conteúdo das vesículas de suco. O amido corado ocorre abaixo de 0,1% em cada campo de observação.



**FIGURA 23.** Micrografias eletrônicas de varredura da polpa de laranja: **A-B - não extrusada** (15Kv, 100 $\mu$ m, 100x e 15Kv, 50 $\mu$ m, 270x, respectivamente): demonstram que o endocarpo é constituído por fragmentos achatados, com superfícies porosas e irregulares; **C-D - extrusada** (15Kv, 200 $\mu$ m, 95x e 15Kv, 100 $\mu$ m, 250x, respectivamente): demonstram que a estrutura foi pouco fragmentada pela extrusão; a celulose não modificada manteve a estrutura dos fragmentos do endocarpo.

#### **4.12. DIFRATOMETRIA DE RAIOS X**

Nas figuras 24, 25, e 26, apresentam-se as intensidades de difração de raios-X da polpa de laranja, antes e após processamento de extrusão. Os difratogramas indicados correspondem às seguintes amostras: (a) polpa não extrusada; (b) polpa extrusada ( $145^{\circ}\text{C}$ , 22%U, 126rpm); (c) polpa extrusada ( $167^{\circ}\text{C}$ , 30%U, 160rpm); (d) polpa extrusada ( $125^{\circ}\text{C}$ , 38%U, 160rpm).

A figura 24 corresponde à analise das amostras previamente lavadas com solução de etanol para obtenção de sólidos insolúveis em álcool; com este tratamento, procura-se eliminar oligossacarídes livres (GOURGUE *et al.*, 1992).

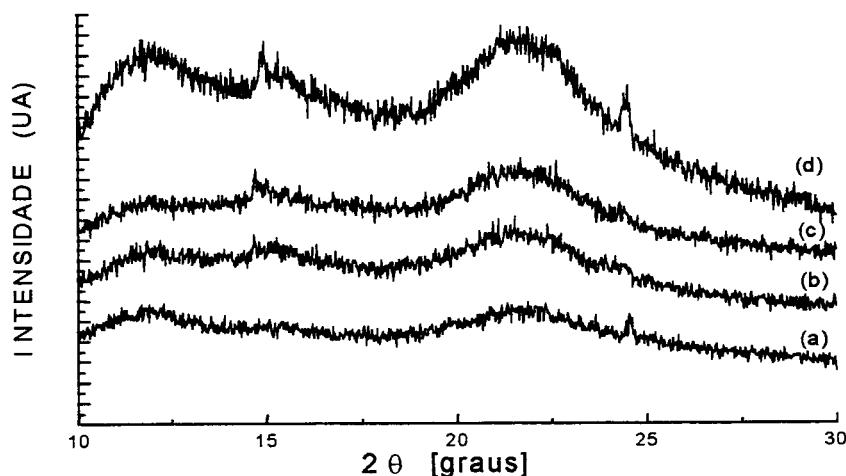
Nesta figura observa-se que todas as amostras apresentaram picos largos, com pouca resolução para valores aproximados de  $2\theta = 12^{\circ}$  e intervalo de  $2\theta = 20^{\circ}$  a  $23^{\circ}$ . Foi ainda observada a presença de pequenos picos em direções angulares  $2\theta = 14,5^{\circ}$  e  $2\theta = 24,5^{\circ}$ , em todas as amostras extrusadas. Não foi evidenciada a presença de picos no valor  $2\theta = 14,5^{\circ}$  na polpa de laranja sem extrusar. Os picos correspondentes aos valores  $2\theta = 12^{\circ}$  e  $21,5^{\circ}$  seriam atribuídos à presença de pectina (figura 26).

Os picos observados na região  $2\theta = 24,5^{\circ}$  nas diferentes amostras, são característicos do potássio, ou algum composto de potássio; provavelmente trata-se do citrato de potássio monobásico com razoável cristalinidade, principalmente nos difratogramas (a) e (d). Esta afirmação é sustentada nos estudos realizados por KOCH (1980). O pesquisador isolou aglomerados cristalinos em amostras de suco de laranja concentrado, demonstrando que, nestes aglomerados, os íons citrato e potássio apresentavam uma relação estequiométrica de 1 mol de citrato: 1 mol de potássio, sendo o citrato de potássio monobásico o principal componente destes aglomerados cristalinos. Esses picos apresentaram menor intensidade quando as temperaturas de processo foram maiores ( $145^{\circ}\text{C}$  e  $167^{\circ}\text{C}$ ).

KIMBALL (1985) relatou que os aglomerados cristalinos foram detectados também na Flórida durante a década de 70, verificando que, nos lotes de suco concentrado que apresentavam maior acidez, os aglomerados cristalinos eram detectados em menor período de tempo.

Os picos observados nas regiões  $2\theta = 14,5^{\circ}$  e  $2\theta = 22,5^{\circ}$  são característicos da celulose. Isto foi observado por SASAKI *et al.* (1979) para celulose de algodão não tratada, e posteriormente confirmado por WEIMER *et al.* (1995). Os pesquisadores estudaram os efeitos de

alguns tratamentos químicos e do calor na cristalinidade da celulose, empregando sigmacel 100 e sigmacel 50 como fontes de celulose.



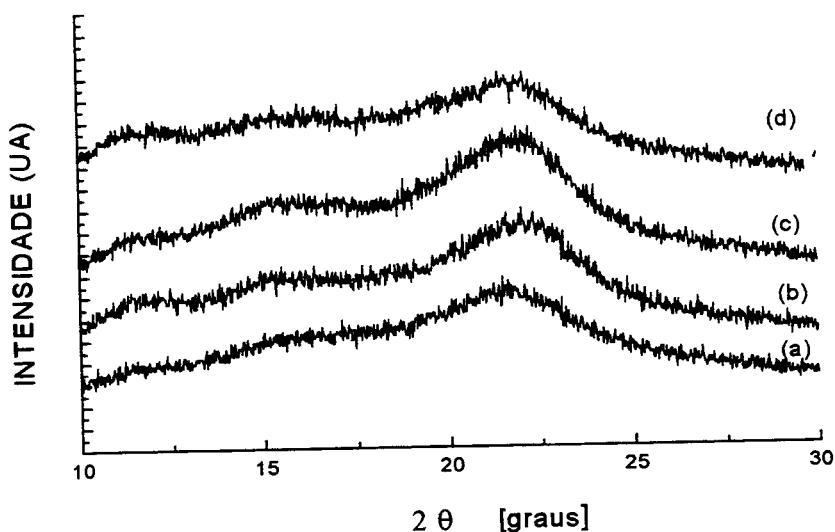
**Fig.24** Difratograma de raios-x de sólidos insolúveis em álcool obtidas a partir da polpa de laranja: (a) Não extrusada; (b) extrusada ( $145^{\circ}\text{C}$ , 22% U, 126 rpm); (c) Extrusada ( $167^{\circ}\text{C}$ , 30% U, 160 rpm); (d) Extrusada ( $125^{\circ}\text{C}$ , 38% U, 160 rpm).

Esses resultados permitem afirmar que a maior parte de celulose na polpa de laranja estaria em estado amorfo, apresentando pequenas áreas cristalinas, principalmente nas amostras extrusadas, onde foram observadas formações de pequenas regiões cristalinas no valor  $2\theta = 14,5^{\circ}$ ; quando comparada com a obtida da polpa sem extrusar; esta intensidade diminuiu gradualmente com aumento da temperatura e diminuição da umidade. Este fato seria explicado pela aplicação de fatores combinados como calor, umidade e atrito mecânico durante o processo de extrusão. Esses resultados são concordantes com as observações realizadas por WEIMER *et al.* (1995), os quais observaram incrementos na cristalinidade relativa de sigmacel 100 (celulose de moderada cristalinidade) como consequência dos efeitos combinados do calor e umidade. Os pesquisadores notaram que um aquecimento de apenas  $50^{\circ}\text{C}$  à celulose de moderada cristalinidade (SC100) em meio aquoso foi suficiente para gerar uma marcada elevação no índice de cristalinidade da celulose, e que este incremento na intensidade foi bem mais acentuado com maiores temperaturas de processo. Contrariamente, uma celulose de alta cristalinidade inicial (celulose microcristalina) apresentou poucas mudanças na cristalinidade com o mesmo tratamento.

WEIMER *et al.* (1995) também notaram que pré-tratamento com substâncias químicas como peróxido de hidrogênio alcalino, ácido clorídrico, detergentes neutros e ácidos usados para recuperar celulose de produtos vegetais ocasionaram um marcado incremento na cristalinidade de celulose pura (SC100).

No presente estudo, os tamanhos das regiões cristalinas foram determinados a partir da largura à meia altura do pico detectado em  $2\theta = 22,5^\circ$ , e utilizando o padrão comercial de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Os resultados obtidos nos difratogramas foram: a) 27 Å; b) 38 Å; c) 21 Å; d) 23 Å, não existindo maiores diferenças neste nível entre amostras extrusadas e amostras sem extrusar. Isto era esperado, pois pesquisas feitas por ARTZ *et al.* (1990) indicaram que o processo de extrusão não modificou a estrutura da fibra de milho, em termos de diminuir a cristalinidade da celulose, pois nenhuma mudança aconteceu no perfil de difração de raios-X.

A figura 25 apresenta os difratogramas das amostras previamente tratadas com detergente neutro, conforme relatado por VAN SOEST (1965). Neste caso a fibra esteve constituída principalmente por celulose, hemicelulose e lignina.

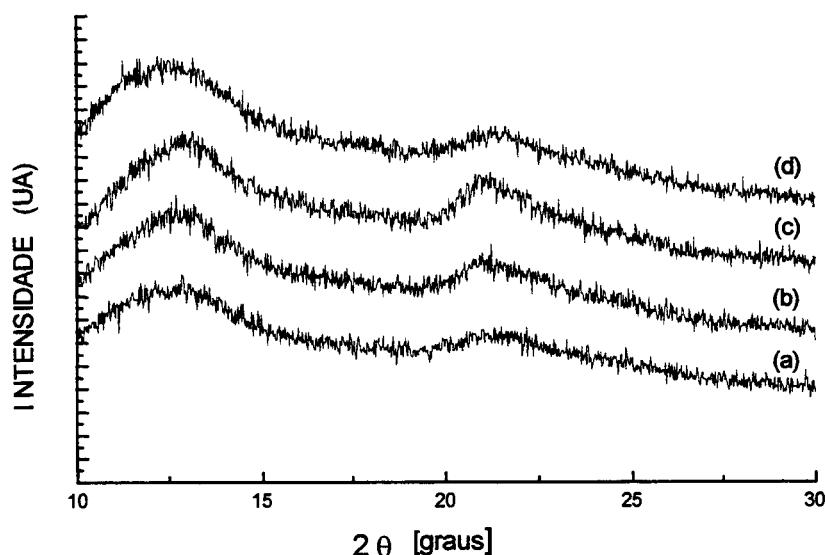


**Fig.25** Difratograma de raios-x de fibras detergente neutro, da polpa de laranja: (a) Não extrusada; (b) Extrusada ( $145^\circ\text{C}$ , 22% U, 126 rpm); (c) Extrusada ( $167^\circ\text{C}$ , 30% U, 160 rpm); (d) Extrusada ( $125^\circ\text{C}$ , 38% U, 160 rpm).

A análise da figura permite observar unicamente a presença de picos largos na região  $2\theta = 22,5^\circ$ , que correspondem à celulose com baixo grau de cristalinidade, pois ela apresenta pequenas áreas cristalinas com tamanhos de: a) 25 Å; b) 23 Å; c) 20 Å; d) 23 Å, indicando que o tratamento com detergente neutro não afetou a cristalinidade nesse nível.

Os picos compreendidos entre valores  $2\theta = 12^\circ$ ;  $2\theta = 14,5^\circ$  e  $2\theta = 24,5^\circ$  que correspondem à pectina, celulose levemente cristalizada pelo processo de extrusão e citrato de potássio, respectivamente, têm desaparecido do sistema como consequência da solubilização com detergente neutro.

Na figura 26, estão apresentados os difratogramas das amostras de pectina isoladas mediante extração ácida. Todas as amostras apresentaram picos largos para valores  $2\theta = 12^\circ$  e  $2\theta = 21,5^\circ$ , que correspondem à presença de pectina com baixo grau de cristalinidade; os tamanhos das áreas cristalinas observados na região  $2\theta = 21,5^\circ$  foram: a) 33 Å; b) 28 Å; c) 37 Å; d) 43 Å. Nesta figura, não são observados os picos correspondentes à celulose e citrato de potássio, uma vez que eles foram separados durante o processo de extração da pectina.



**Fig.26** Difratogramas de Raios-x de Pectinas obtidas da polpa de laranja: (a) Não extrusada; (b) Extrusada (145°C, 22% U, 126 rpm); (c) Extrusada (167°C, 30% U, 160 rpm); (d) Extrusada (125°C, 38%U, 160 rpm).

#### **4.13. APLICAÇÃO DA POLPA DE LARANJA EXTRUSADA NA ELABORAÇÃO DE BISCOITOS TIPO “COKIES” COM ALTO TEOR DE FIBRA ALIMENTAR**

##### **4.13.1. COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DA FARINHA DE TRIGO E DA POLPA DE LARANJA OTIMIZADA PARA ELABORAÇÃO DE BISCOITOS (ROB)**

A composição química da farinha de trigo e da polpa de laranja extrusada às condições de 140°C, 22%U e 126rpm, utilizadas para elaboração de biscoitos tipo “cookies”, são apresentadas na tabela 26.

**TABELA 26.** Composição química da farinha de trigo “Santista” e da polpa de laranja extrusada

COMPONENTES	FARINHA (%)	PLE (%)
Umidade	13,00	7,00
Proteínas <sup>(a)</sup>	10,00	8,08
Lipídios	1,10	1,96
Cinzas	0,61	2,49
Fibra alimentar total	3,29	65,29
Fibra alimentar insolúvel	2,00	30,56
Fibra alimentar solúvel	1,29	34,73
Carboidratos <sup>(b)</sup>	72,00	15,18

##### **OBSERVAÇÕES GERAIS:**

**PLE** = polpa de laranja extrusada (140°C, 22%U, 126rpm); **FAT** = fibra alimentar total; **FAI** = fibra alimentar insolúvel; **FAS** = fibra alimentar solúvel; <sup>(a)</sup> para farinha, N x 5,78 e para PLE, N x 6,25. <sup>(b)</sup> por diferença.

O conteúdo de umidade da farinha encontra-se na faixa normal recomendada para farinhas de trigo (12,5 a 14,0%). Nestas condições, o armazenamento pode ser considerado estável. Conteúdos de umidade elevados favorecem o crescimento de fungos, e teores de umidade menores aumentam os riscos de rancidez oxidativa dos lipídios naturais (WADE, 1988).

Os teores de proteínas e cinzas encontradas na farinha de trigo apresentam-se ligeiramente superiores aos estabelecidos para farinhas destinadas à elaboração de biscoitos.

Estudos realizados por WADE (1988) apontaram que, para uso na elaboração de biscoitos, as farinhas de trigo devem apresentar um baixo conteúdo de proteínas, na faixa de 7 a 9%. Freqüentemente, quando se utilizam farinhas fortes, é necessário aumentar o teor de gordura na formulação, ou usar amido de milho para ajustar a força da farinha.

O teor de cinzas deve estar na faixa de 0,36 a 0,48%; maiores valores, como o observado no presente estudo, indicam um maior grau de extração durante a moagem do trigo. Porém, este fato pode ser considerado irrelevante, desde que o conteúdo mineral não está diretamente relacionado com o rendimento do produto final (MAILHOT & PATTON, 1988).

Os conteúdos de fibra alimentar apresentados pela farinha de trigo são similares aos dados relatados por BJÖRCK *et al.* (1984); estes pesquisadores apontaram valores de 2,3% para fibra alimentar insolúvel e de 1,7% para fibra alimentar solúvel.

Como mencionado anteriormente, as possibilidades de uso da polpa de laranja na alimentação humana estão relacionadas fundamentalmente com o conteúdo de fibra alimentar. O alto teor de fibra alimentar solúvel observado após processamento de extrusão a colocam como o componente mais importante, desde que fibras solúveis têm sido associadas com o tratamento de diabetes e doenças cardiovasculares (GORDON, 1989).

#### **4.13.2. GRANULOMETRIA DA FARINHA, AMIDO, POLPA DE LARANJA EXTRUSADA E AÇÚCAR, UTILIZADOS NA ELABORAÇÃO DE BISCOITOS “COOKIES”**

A porcentagem de material retido, módulo de finura e diâmetro médio de partícula dos principais constituintes utilizados na elaboração de biscoitos tipo “cookies” são apresentados na tabela 27.

**TABELA 27.** Material retido, módulo de finura e diâmetro médio de partículas de: farinha, amido, açúcar e polpa de laranja extrusada utilizadas na elaboração de biscoitos “cookies”

Mesh Abertura (mm)	20 0,840	35 0,420	60 0,250	80 0,177	100 0,149	Fundo < 0,149	Módulo de Finura	Diâmetro Médio (μm)
COMPONENTE	MATERIAL RETIDO (%)							
Farinha	0,00	0,20	2,35	46,15	6,15	44,80	1,06	217,58
Amido	0,00	0,00	0,56	11,76	10,38	77,74	0,36	133,27
Açúcar	1,78	21,48	24,80	28,46	11,70	12,20	2,38	541,49
Polpa extrusada	0,07	0,66	18,14	52,62	10,34	19,14	1,73	347,31

**Mesh:** Número de fios por polegada linear

Como observado na tabela 27 o 2,55% das partículas da farinha de trigo apresentaram tamanho médio (250 a 840 $\mu\text{m}$ ) sendo retidas nas peneiras de 35 e 60 mesh, enquanto que 97,10% apresentaram tamanho pequeno (< de 250 $\mu\text{m}$ ) sendo retidas entre o fundo e a peneira de 80 mesh. As partículas predominantes na polpa de laranja (82,10%) apresentaram tamanho pequeno, e apenas 18,80% foram classificadas como sendo de tamanho médio. Assim mesmo 99,58% das partículas de amido foram retidas entre o fundo e a peneira de 80 mesh, sendo constituídas basicamente por partículas de tamanho pequeno (< 250 $\mu\text{m}$ ). Já o açúcar mostrou um equilíbrio entre partículas de tamanho médio (46,28%) e as de tamanho pequeno (52,36%).

Farinha de trigo e amido de milho tiveram módulos de finura classificados como muito fino ( $\text{MF} < 150$ ). Açúcar apresentou um modulo compreendido na faixas médio e fino (3,20 – 2,30); enquanto que, polpa de laranja extrusada mostrou um módulo como sendo fino e muito fino (2,30 – 1,50). Esta classificação é sustentada nos estudos realizados por SILVER (1931) citado por HENDERSON & PERRY (1976), que estabeleceram um módulo de finura de 5,00 para o grão de trigo, em quanto que os grãos de trigo moídos são classificados como grits grosso ( $\text{MF} = 4,10$ ); médio ( $\text{MF} = 3,20$ ); fino ( $\text{MF} = 2,30$ ) e muito fino ( $\text{MF} = 1,50$ ). Em termos gerais o módulo de finura ( $\text{MF}$ ) indica a uniformidade das partículas no produto.

O diâmetro médio de partículas da farinha de trigo “Santista” utilizadas no presente estudo foi de 217,58 $\mu\text{m}$ . Estudos realizados por WADE (1988) apontaram que os valores numéricos deste parâmetro dependem das condições de moagem e do método de análise usado. Em geral, com o aumento do tamanho médio das partículas de farinha, os biscoitos expandem em maior grau, por tanto apresentam menor densidade.

Com relação ao diâmetro médio das partículas de açúcar, estas foram de 541,49  $\mu\text{m}$ , muito superior à dos níveis relatados por KISSELL *et al.*, (1973). Os pesquisadores estudaram o efeito da granulometria do açúcar na avaliação da qualidade de trigo para “cookies”, observaram uma performance ótima do teste, com partículas de diâmetro médio compreendidas na faixa de 200 a 250 $\mu\text{m}$ . A expansão dos “cookies” aumentou com a diminuição do diâmetro médio das partículas, e a habilidade em diferenciar duas farinhas de qualidade contrastantes melhorou com açúcar na faixa de 175 a 295 $\mu\text{m}$ .

#### 4.13.3. CARACTERÍSTICAS DE MISTURA DA MASSA

O efeito da adição da polpa de laranja extrusada nas características de mistura da massa foi verificada através de testes no farinógrafo, e os resultados são apresentados na tabela 28.

Entre os parâmetros medidos pelo farinograma, o índice de absorção de água é o mais importante para a produção de biscoitos, por estar relacionado a algumas características físicas do produto, como: expansão, volume específico e dureza (POMERANZ, 1971).

A análise dos dados da tabela 28 indica que o valor da absorção de água da farinha utilizada (59%) está acima da faixa recomendada para elaboração de biscoitos, desde que estudos prévios classificaram as farinhas com níveis de absorção de água entre 50 e 54% como as mais adequadas para a obtenção deste tipo de produtos (MAILHOT & PATTON, 1988).

**TABELA 28.** Efeito da suplementação com polpa de laranja extrusada nas características de mistura da massa, no farinógrafo

<b>CARACTERÍSTICAS</b>	<b>NÍVEIS DE SUBSTITUIÇÃO (%)<sup>a</sup></b>			
	<b>Controle</b>	<b>5</b>	<b>15</b>	<b>25</b>
Absorção de água (%)	59	75	95	105
Tempo de chegada (min)	1,0	3,2	6,2	3,2
Tempo desenvolvimento (min)	1,7	5,5	10,5	10,8
Estabilidade (min)	5,9	5,7	13,8	16,2
Tempo de saída (min)	6,9	8,9	20,0	19,4
Índice de tolerância (U.F.) <sup>b</sup>	59	58	18	8

#### OBSERVAÇÕES GERAIS:

(a): Em relação à farinha

(b): U.F. Unidades Farinográficas

A capacidade de absorção de água da farinha aumentou à medida em que foi acrescida a proporção de substituição com polpa de laranja extrusada. Pode-se sugerir que este aumento se deva à presença, em maior proporção, de fibras que possuem alta capacidade de absorção de água (POMERANZ *et al.*, 1977). Foi verificado que, quando a farinha de trigo é misturada à farinha de outras fontes, há modificação na capacidade de absorção de água (KRISHNAN *et al.*, 1987). Este processo é influenciado por dois fatores principais: constituintes da farinha e tamanho de partículas (EL DASH *et al.*, 1981).

Os tempos de chegada, de desenvolvimento e de saída aumentaram com incremento dos níveis de substituição, o que foi evidente até níveis de 15%, provavelmente em decorrência do alto teor de fibras presentes na polpa de laranja. A presença da polpa de laranja parece dificultar a rápida absorção de água pelas proteínas da farinha (HASENBORG & HIMMELSTEIN, 1988). O aumento no tempo de desenvolvimento é devido fundamentalmente à diluição do glúten e à dificuldade da fibra para se misturar em forma homogênea com a farinha de trigo (CHEN *et al.*, 1988). Resultados similares no tempo de desenvolvimento foram observados por SACH (1989) para farinhas substituídas entre 5 e 20% de resíduos de mosturação da indústria cervejeira.

Os valores de estabilidade e índice de tolerância não apresentaram maiores diferenças entre a farinha (controle) e o nível de substituição de 5%, indicando assim que ambas são pouco resistentes à ação mecânica. Entretanto, quando as porcentagens de substituição foram incrementadas até valores de 15 e 25%, observou-se um forte incremento na estabilidade e uma marcada diminuição no índice de tolerância, proporcionando às massas características de farinhas fortes. Este fato estaria associado com a resistência do glúten aos danos mecânicos, devido às possíveis interações entre o material fibroso e as cadeias de glúten (CHEN *et al.*, 1988).

Os níveis muito elevados (25%) de substituição de polpa de laranja extrusada parecem ter ocasionado descaracterização das propriedades reológicas da massa para biscoitos.

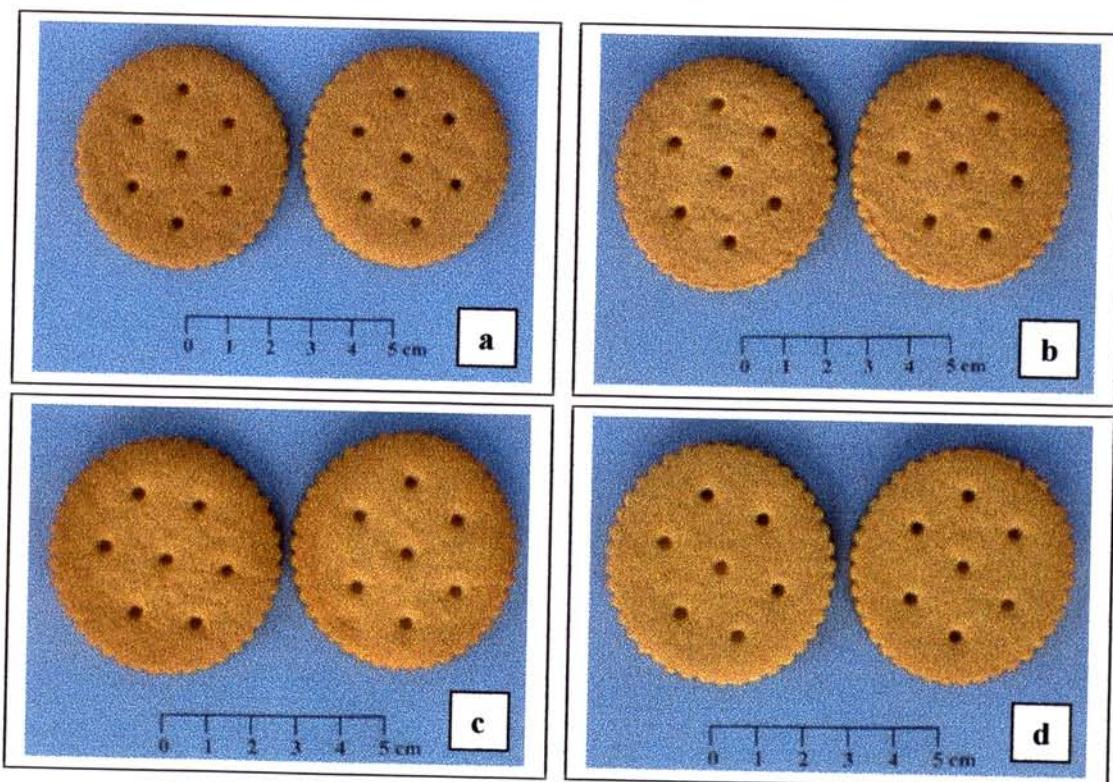
Através do teste de farinograma, conclui-se que a massa elaborada com 5% de substituição apresenta características de uma farinha de força média, o que é aceitável para elaboração de biscoitos. Entretanto, estima-se possível a utilização até níveis de 15% de polpa de laranja extrusada, uma vez que normalmente nas formulações são adicionadas agentes diluidores, como amido de milho.

#### ***4.13.4. AVALIAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS DOS BISCOITOS***

A qualidade dos biscoitos deve ser determinadas através de medidas físicas, químicas e sensoriais, sendo as mais empregadas: expansão, volume específico, cor, dureza, umidade, aparência, palatabilidade, aceitabilidade etc. Estas características são grandemente influenciadas quando se utilizam farinhas suplementadas com diferentes fontes de proteínas e fibras. Fatores como: temperatura do forno, tempo de assamento, condicionamento dos biscoitos etc., também influenciam a qualidade do produto e devem ser controlados sempre que possível.

#### 4.13.4.1. CARACTERIZAÇÃO FÍSICA DOS BISCOITOS “COOKIES” SUPLEMENTADOS COM POLPA DE LARANJA EXTRUSADA

Os biscoitos elaborados com farinha (controle) e com adição de diferentes porcentagens de polpa de laranja extrusada a 140°C, 22% de umidade e 126 rpm. são apresentados na figura 27; e os resultados das análises físicas, na tabela 29.



**Figura 27.** Biscoitos produzidos com diferentes teores de polpa de laranja extrusada a 140°C, 22% de umidade e 126 rpm.: **a)** Controle (sem polpa); **b)** com 5% de polpa; **c)** com 15% de polpa; **d)** com 25% de polpa.

Os resultados da formulação controle, baseados no peso dos biscoitos antes e após assamento, foram significativamente menores ( $p < 0,05$ ) em relação à dos biscoitos elaborados com adição de diferentes porcentagens de polpa de laranja extrusada. Estes resultados são concordantes com as observações realizadas por PASSY & MANNHEIM (1983). Os mesmos relataram que níveis de 7,5 a 15% de substituição de polpa de laranja seca pelo processo Drum dryer aumentaram o peso dos biscoitos tipo “cookies” com relação ao controle, provavelmente

como consequência da elevada capacidade de retenção de água pela polpa. Em ambos os casos (antes e após assamento), não foram observadas diferenças significativas nas formulações contendo 15 e 25% de polpa.

Quanto ao teor de umidade das massas antes e após assamento, as amostras diferiram significativamente ( $p < 0,05$ ). Em ambos os casos, as formulações contendo polpa de laranja extrusada apresentaram os maiores conteúdos de umidade em razão da alta capacidade de absorção de água pelas fibras (CHEN *et al.*, 1988). É importante indicar que a umidade dos biscoitos elaborados com até 15% de substituição apresentaram conteúdos de umidade ideais (menores que 2,0%). Este fato é importante, desde que estudos realizados por SMITH (1972) indicaram que o conteúdo total de umidade dos biscoitos não deve exceder 2,0%, sendo o ideal 1,3%.

**TABELA 29.** Médias das características físicas dos biscoitos tipo “cookies” suplementados com diferentes porcentagens de polpa de laranja extrusada.

<b>PARÂMETROS FÍSICOS</b>	<b>TIPO DE BISCOITO<sup>3</sup></b>			
	<b>AVALIADOS</b>	<b>Controle</b>	<b>5 %</b>	<b>15 %</b>
Peso antes do assamento (g) <sup>1</sup>	7,54 <sup>c</sup>	8,71 <sup>b</sup>	9,74 <sup>a</sup>	9,50 <sup>a</sup>
Peso após assamento (g) <sup>1</sup>	5,61 <sup>c</sup>	7,76 <sup>b</sup>	8,53 <sup>a</sup>	8,36 <sup>a</sup>
Umidade da massa (%) <sup>2</sup>	14,73 <sup>d</sup>	16,48 <sup>c</sup>	18,50 <sup>b</sup>	22,45 <sup>a</sup>
Umidade do biscoito (%) <sup>2</sup>	0,92 <sup>c</sup>	1,17 <sup>b</sup>	1,30 <sup>b</sup>	3,56 <sup>a</sup>
Força de quebra (g) <sup>1</sup>	936,80 <sup>d</sup>	1263,40 <sup>c</sup>	1856,26 <sup>b</sup>	2799,19 <sup>a</sup>
Diâmetro (mm) <sup>1</sup>	50,10 <sup>b</sup>	51,10 <sup>a</sup>	49,85 <sup>b</sup>	48,23 <sup>c</sup>
Espessura (mm) <sup>1</sup>	4,52 <sup>d</sup>	5,05 <sup>c</sup>	6,07 <sup>a</sup>	5,33 <sup>b</sup>
Fator de expansão (D/E) <sup>1</sup>	11,08 <sup>a</sup>	10,12 <sup>b</sup>	8,23 <sup>d</sup>	9,05 <sup>c</sup>
Gradiente de umidade (%) <sup>2</sup>	0,06 <sup>c</sup>	0,24 <sup>b</sup>	0,29 <sup>b</sup>	0,65 <sup>a</sup>
Volume específico (cm <sup>3</sup> /g) <sup>1</sup>	1,55 <sup>a</sup>	1,35 <sup>ab</sup>	1,31 <sup>b</sup>	1,23 <sup>b</sup>
Temperatura de assamento (°C)	200,00	200,00	200,00	200,00
Tempo de assamento (min.)	7,00	10,00	12,00	15,00

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

(1) Valor correspondente à média de seis repetições

(2) Valor correspondente à média de três repetições

(3) Em uma mesma linha, médias em comum não diferem significativamente ( $p < 0,05$ )

DUNN & BAILEY (1928) relataram que perdas ou ganhos de umidade nos biscoitos são acompanhados por mudanças nas suas dimensões. Os pesquisadores apontaram que estas mudanças (encolhimento do centro quando o mesmo perde umidade e expansão das bordas devido à absorção de umidade) levariam ao “stress” dentro do produto. Se este “stress” excede a tensão mecânica, a mesma que está relacionada com a flexibilidade de sua estrutura, então podem ocorrer fissuras e até a quebra dos mesmos.

A dureza dos biscoitos preparados com adição de polpa de laranja extrusada foram significativamente maiores ( $p < 0,05$ ) quando comparados com o controle. O aumento da dureza teve uma relação diretamente proporcional às porcentagens de polpa adicionadas, e foram significativamente diferentes entre si. Estes resultados são concordantes com as observações realizadas por ARORA & CAMIRE (1994), os quais notaram que “cookies” elaborados por substituição de 10 e 15% de farinha de aveia por cascas de batata extrusada resultaram em produtos escuros, duros e com diâmetro reduzido. Após quatro semanas de armazenamento, os “cookies” apresentaram maior dureza quando comparados com o controle.

O mecanismo molecular responsável pela dureza dos biscoitos não é completamente compreendido. KATZ & LABUZA (1981) indicaram para produtos extrusados que, quando o conteúdo de água do alimento é menor ou igual à da monocamada (BET), existe um número considerável de ligações de hidrogênio e forças de Van der Walls na matriz macromolecular de carboidratos, o que resulta em uma forte interação molecular com formação de áreas cristalinas, que contribuem à sensação de dureza, devido à força necessária para quebrar estas zonas.

TOWSEND (1990) relatou que a dureza dos biscoitos acontece como um resultado do comportamento do açúcar durante o aquecimento no forno. O açúcar dissolve-se na água da massa para formar uma solução concentrada; quando o produto resfria após sair do forno, esta solução solidifica, tornando-se um material duro, amorfo e vítreo, conferindo ao produto características crocantes. Estudos realizados por GAINES *et al.* (1992) indicaram que a textura é um elemento importante na qualidade dos biscoitos, que afeta diretamente a aceitação dos consumidores.

SANCHEZ *et al.* (1995) descreveram a textura dos biscoitos tipo “cookies” como uma combinação de tamanhos e formas da estrutura do miolo, do conteúdo, do gradiente de umidade e do “stress” interno produzido durante o processamento e resfriamento do produto.

O efeito da adição de polpa de laranja extrusada sobre o diâmetro dos biscoitos não apresentou diferença significativa ( $p < 0,05$ ) entre o controle e níveis de até 15% de substituição. Diferenças significativas ( $p < 0,05$ ) foram evidentes com maiores percentagens de adição de polpa (25%). A formulação contendo 5% de polpa apresentou um diâmetro ligeiramente maior do que o controle, enquanto que níveis de 15 e 25% de polpa ocasionaram diminuições nos valores deste parâmetro.

Os biscoitos elaborados com diferentes quantidades de polpa de laranja extrusada apresentaram diferenças significativas ( $p < 0,05$ ) com relação à espessura e fator de expansão. Maior espessura e menor expansão foram observados nas formulações contendo polpa de laranja. Isto era esperado, desde que pesquisas desenvolvidas por GORCZYCA & ZABIK (1979) apontaram que biscoitos doces elaborados com celulose em níveis de 0 a 30% de substituição apresentaram reduções na expansão, crocância, coloração e qualidades sensoriais.

Os efeitos negativos ocasionados na expansão dos biscoitos, pela suplementação com farinhas ricas em fibras, já foram verificadas em maior ou menor grau, por diversos pesquisadores. De um modo geral, a expansão dos biscoitos diminui à medida que aumenta o nível de substituição de farinha (PRENTICE *et al.*, 1977; VRATANINA & ZABIK, 1978; KISSEL & PRENTICE, 1979; TSEN *et al.*, 1982; JELTEMA *et al.*, 1983; HOOJJAT & ZABIK, 1984).

O mecanismo que explica a redução da expansão dos biscoitos devido à suplementação da farinha não é completamente conhecido. Entretanto, pesquisas têm apontado que a adição de ingredientes que aumentam a retenção de água resulta em um aumento da competição pela água livre presente na massa dos biscoitos. A rápida ligação de água adicionada aos lugares hidrofilicos presentes no sistema resulta na diminuição da solução de açúcar e aumento da concentração desta solução, aumentando consequentemente a viscosidade da massa, o que dificulta a sua expansão sob o efeito do fermento na fase de assamento. Isto foi observado durante a suplementação de biscoitos com glúten de trigo e farinha de soja, constatando-se que as proteínas provenientes desses ingredientes apresentaram maior capacidade de retenção de água do que as proteínas da farinha de trigo e, portanto, maior capacidade de competição pela água livre presente na massa. Consequentemente, houve uma marcada diminuição na expansão dos biscoitos (KISSEL & YAMASAKI, 1975).

Estudos realizados por YAMASAKI (1977) apontaram que a expansão dos biscoitos foi diminuída pelo aumento da quantidade de substâncias hidrofilicas adicionadas à massa.

JELTELMA *et al.* (1983) relacionaram os constituintes das fibras com a expansão dos biscoitos. Observaram que a hemicelulose, principalmente devido à sua alta capacidade de ligação com a água, é a principal responsável pelos efeitos negativos sobre a expansão dos biscoitos.

PASSY & MANNHEIM (1983) observaram que biscoitos tipo "cookies" elaborados com substituição de 15% de polpa de laranja seca pelo processo de Drum Dryer apresentaram expansão reduzida em 28,3% quando comparados com "cookies" (controle).

Desse modo, pode-se sugerir que a polpa de laranja extrusada, utilizada nos experimentos, afetou a expansão dos biscoitos, por possuir elevados teores de pectina, que além de absorverem quantidades apreciáveis de água, competem pela água livre presente na massa dos biscoitos, afetando negativamente a sua expansão.

O gradiente de umidade dos biscoitos elaborados com adição de polpa de laranja foi significativamente maior ( $p < 0,05$ ) do que o controle. Não foram observadas diferenças significativas entre níveis de 5 e 15% de substituição. O teste de médias (Tukey) indicou que a polpa de laranja foi responsável pelo aumento no gradiente de umidade, variando em relação diretamente proporcional com as quantidades adicionadas. Assim, o menor valor foi observado para o controle (0,060%), enquanto que biscoitos elaborados com 25 % de polpa tiveram maior gradiente de umidade (0,65). Todas as formulações apresentaram gradientes menores que 1,0%. Este fato é importante, desde que pesquisas realizadas por SMITH (1972) indicaram que a quebra dos biscoitos é freqüentemente observada em produtos com gradiente de umidade acima de 1,0%.

O volume específico dos biscoitos controle foi significativamente maior ( $p < 0,05$ ) do que os biscoitos suplementados com 15 e 25% de polpa de laranja extrusada. Os biscoitos suplementados com diferentes porcentagens de polpa de laranja não apresentaram diferenças significativas entre si. Pesquisas têm indicado que a diminuição do volume em produtos de panificação elaborados com fibra alimentar é devida à diluição do glúten e às interações químicas entre glúten e material fibroso (POMERANZ *et al.*, 1977; CHEN *et al.*, 1988).

#### **4.13.4.2. ACEITAÇÃO DOS BISCOITOS TIPO “COOKIES” SUPLEMENTADOS COM DIFERENTES PORCENTAGENS DE POLPA DE LARANJA EXTRUSADA**

As análises de variância das formulações utilizadas na elaboração de biscoitos tipo “cookies” revelaram diferenças estatisticamente significativas ( $p < 0,05$ ) em função das variáveis: aparência, sabor, textura e aceitação global.

Os resultados do teste de médias (Tukey) para aparência, sabor, textura e aceitação global (de um modo geral) estão apresentados na tabela 30.

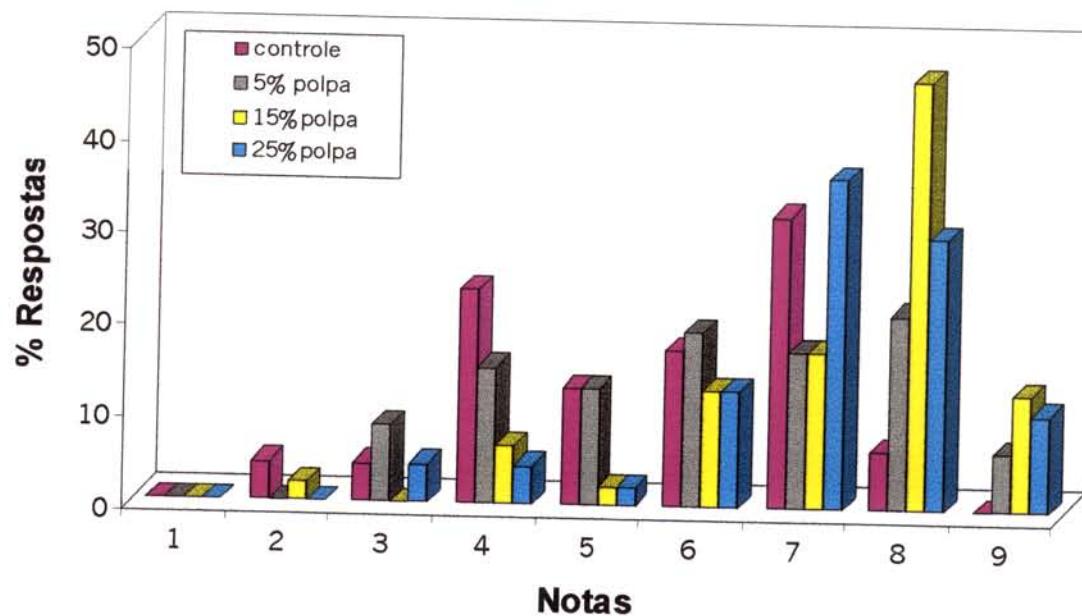
Pelo teste de médias de Tukey, verifica-se que as formulações contendo 15 e 25% de polpa de laranja extrusada foram as mais aceitas em relação a suas características de aparência. Não foram evidenciadas diferenças significativas ( $p < 0,05$ ) entre estes dois níveis de adição de polpa. Tampouco houve diferenças significativas entre os biscoitos controle e os elaborados com 5% de polpa de laranja. As formulações que incluem adição de polpa apresentaram maior pontuação com relação à aparência quando comparados com o controle.

**TABELA 30.** Médias dos scores de aceitação dos biscoitos tipo “cookies” com relação à aparência, sabor, textura e aceitação global (de um modo geral).

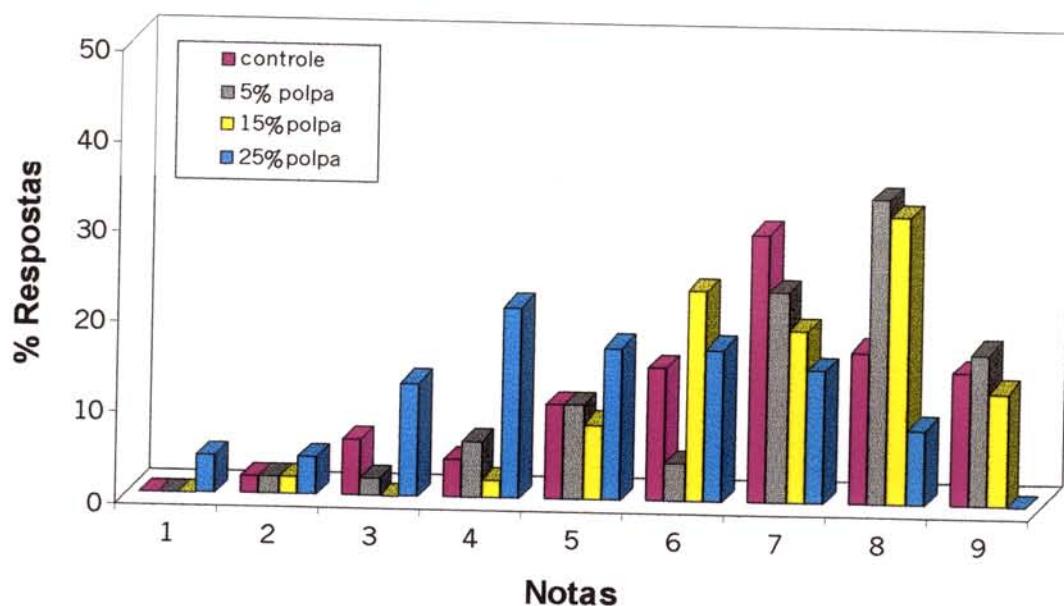
FORMULAÇÃO	APARENCIA	SABOR	TEXTURA	AC. GLOBAL
Controle	5,55 <sup>b</sup>	6,62 <sup>a</sup>	7,06 <sup>a</sup>	6,66 <sup>a</sup>
5% de polpa	6,11 <sup>b</sup>	7,04 <sup>a</sup>	7,40 <sup>a</sup>	7,28 <sup>a</sup>
15% de polpa	7,26 <sup>a</sup>	7,00 <sup>a</sup>	6,94 <sup>a</sup>	7,00 <sup>a</sup>
25% de polpa	7,04 <sup>a</sup>	4,96 <sup>b</sup>	4,02 <sup>b</sup>	4,89 <sup>b</sup>

AC. = Aceitação

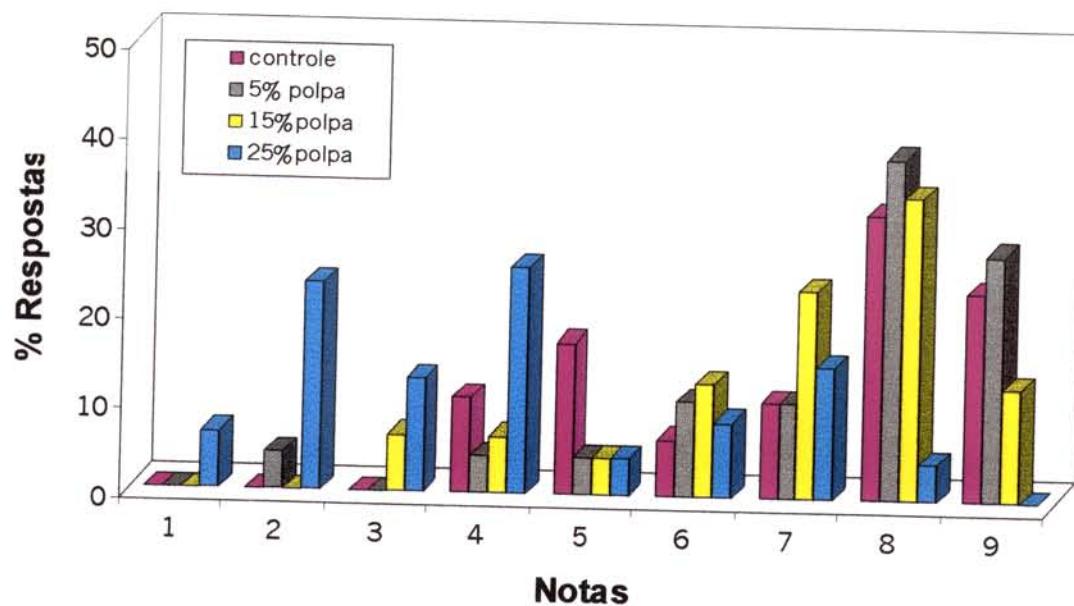
A figura 28 mostra o histograma de freqüência do teste de aceitação para a variável inerente à aparência dos biscoitos elaborados com diferentes porcentagens de polpa de laranja extrusada. Observa-se no histograma que 76,6% dos provadores manifestaram ter gostado desde “moderadamente” até “muitíssimo” dos biscoitos elaborados com 15 e 25% de polpa de laranja; 44,68% gostaram desde “moderadamente” a “muitíssimo” dos biscoitos formulados com 5% de polpa, enquanto que apenas 38,29% gostaram de “moderadamente” a “muitíssimo” da aparência dos biscoitos controle.



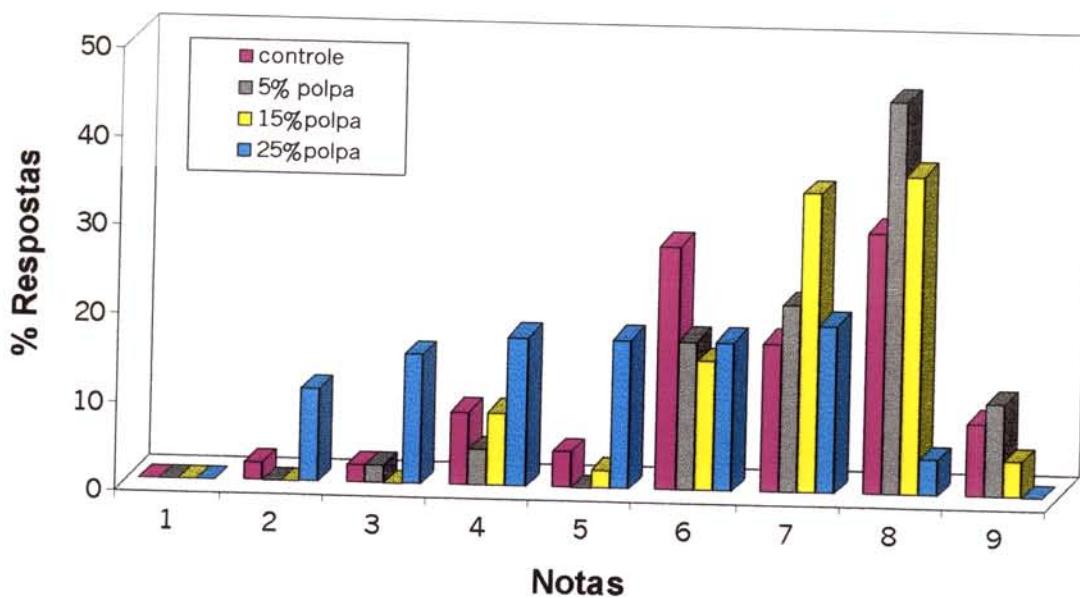
**Figura 28.** Histograma de freqüência dos dados de aceitação em função da **aparência** dos biscoitos tipo “cookies” elaborados com diferentes porcentagens da fibra de polpa de laranja extrusada



**Figura 29.** Histograma de freqüência dos dados de aceitação em função do **sabor** dos biscoitos tipo “cookies” elaborados com diferentes porcentagens da fibra de polpa de laranja extrusada



**Figura 30.** Histograma de freqüência dos dados de aceitação em função da **textura** dos biscoitos tipo “cookies” elaborados com diferentes porcentagens da fibra de polpa de laranja extrusada.



**Figura 31.** Histograma de freqüência dos dados de aceitação em função da **aceitação global** dos biscoitos tipo “cookies” elaborados com diferentes porcentagens da fibra de polpa de laranja extrusada

Os resultados dos testes de médias de Tukey para sabor, textura e aceitação global indicaram que não houve diferenças significativas ( $p < 0,05$ ) entre o controle e as formulações contendo 5 e 15% de polpa de laranja extrusada. Porém, todas elas foram significativamente maiores quando comparados com os biscoitos elaborados com 25% de polpa.

Observa-se na tabela 30 que os biscoitos contendo 5 e 15% de polpa de laranja extrusada foram os preferidos por um grupo de provadores que avaliaram sabor, textura e aceitação global, enquanto que biscoitos elaborados com 25% de substituição foram menos aceitos com relação a esses parâmetros.

Como apresentado nas figuras 29, 30 e 31, os dados de histogramas de freqüência correspondentes a sabor, textura e aceitação global têm concordância com as médias de aceitação indicadas na tabela 30, confirmando que a maioria dos provadores tiveram preferência pelos biscoitos elaborados com 5 e 15% de polpa de laranja extrusada. Assim 74,46%; 76,00% e 76,50% dos provadores relataram ter gostado desde “moderadamente” até “muitíssimo” do sabor, textura e aceitação global, respectivamente, dos biscoitos elaborados com 5% de polpa. Por outro lado, 63,83%; 70,00% e 74,47% gostaram de “moderadamente” a “muitíssimo” das mesmas características sensoriais dos biscoitos elaborados com 15% da polpa de laranja.

Os resultados do teste de aceitação correspondente ao controle apontaram que 61,70% dos provadores gostaram moderadamente ou mais do sabor, 65,96% gostaram da textura, enquanto que 55,32% gostaram de “moderadamente” a “muitíssimo” dos biscoitos em relação à aceitação global.

Os biscoitos elaborados pela substituição de 25% de polpa de laranja extrusada não tiveram boa aceitação. Apenas 23,00% manifestaram ter gostado desde moderadamente até muitíssimo do sabor; 19,15% gostaram da textura; e 23,41% gostaram da aceitação global destes biscoitos.

Os resultados do teste de aceitação global dos biscoitos elaborados com 15 % de polpa de laranja extrusada mostraram boa performance do produto, uma vez que 4,26% dos provadores gostaram muitíssimo, 36,17% gostaram muito, 34,04% gostaram moderadamente, 14,89% gostaram ligeiramente, totalizando 89,36 % de provadores que gostaram do produto. Entretanto, 2,13% nem gostaram nem desgostaram, e apenas 8,51% desgostaram ligeiramente, sendo esta a porcentagem total de provadores que desgostaram do produto.

### 3.13.4.3. CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA E NUTRICIONAL DOS BISCOITOS TIPO “COOKIES” COM ALTO TEOR DE FIBRA ALIMENTAR

A tabela 31 mostra a composição química e nutricional dos biscoitos elaborados com diferentes porcentagens de polpa de laranja extrusada a 140°C, 22% de umidade e 126 rpm.

**TABELA 31.** Composição química e nutricional dos biscoitos tipo “cookies” com alto teor de fibra alimentar

COMPONENTE <sup>(a)</sup>	NÍVEIS DE SUBSTITUIÇÃO			
	Controle	5 %	15 %	25 %
Proteínas	5,54	5,63	5,23	5,40
Lipídios	17,49	17,59	18,28	17,56
FAT	2,10	5,47	11,25	14,71
FAI	1,17	2,34	4,74	7,21
FAS	0,93	3,13	6,51	7,50
Cinzas	1,24	1,22	0,93	1,36
Carboidratos	73,63	69,82	64,31	60,97
Calorias/100g	474,09	460,11	442,68	423,52

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

<sup>(a)</sup> = base seca; FAT = fibra alimentar total; FAI = fibra alimentar insolúvel; FAS = fibra alimentar solúvel.

Os conteúdos de proteínas, lipídios e cinzas das formulações contendo níveis de substituição de 5, 15 e 25% de farinha de trigo por polpa de laranja extrusada não apresentaram maiores mudanças quando comparados com o controle. Entretanto, foram observados aumentos nos teores de fibra alimentar total (5,47; 11,25 e 14,71%, respectivamente) em relação ao controle (2,10%). Simultaneamente, os níveis de fibra alimentar solúvel (FAS) e fibra alimentar insolúvel (FAI) também foram incrementados. Como esperado, o valor energético dos biscoitos diminuiu em forma proporcional à quantidade de farinha de trigo substituída, promovendo diminuições de 2,95; 6,62 e 10,67% do total de calorias apresentado pelo controle.

Pesquisas realizadas por VOLLENDORF & MARLETT (1994) indicaram que biscoitos tipo “cookies” formulados com farinha de aveia e mistura de farinha de aveia e passas apresentaram teores de fibras de 2,7 e 4,3%, respectivamente, em base úmida.

KISSELL & PRENTICE (1979) relataram níveis de 1,5 a 3,5% de fibra alimentar total (FAT) em “cookies” formulados pela substituição de farinha de trigo por resíduos de mosturação da indústria cervejeira.

RANHOTRA *et al.* (1991) reportaram valores de 3,5 e 3,9% de fibra alimentar para “cookies” de chocolate elaborados por substituição de 75% de farinha rica em fibra, e “cookies” de aveia contendo 50% de substituição de farinha de aveia por farinha de trigo contendo entre 10,5 e 13,5% de fibra alimentar total (FAT). Estes pesquisadores notaram que os níveis energéticos destes produtos diminuíram em 8,99% para os “cookies” de chocolate, e em 0,45% para os “cookies” de aveia, quando comparados com seus respectivos controles.

Pesquisas realizadas por SILVA (1997) apontaram valores de 7,5; 8,6 e 10,6% de fibra alimentar total (FAT) para “cookies” elaborados com níveis de substituição de 10, 15 e 20% de farinha de jatobá contendo 48,6% de fibra alimentar total.

Assim, ao comparar os nossos resultados com aqueles reportados na bibliografia internacional, pode-se considerar que os biscoitos elaborados com porcentagens de 5, 15 e 25% de polpa de laranja extrusada constituem boas fontes de fibra alimentar.

## **5. CONCLUSÕES GERAIS**

- ◆ A polpa de laranja apresentou na sua composição química elevado teor de Fibra Alimentar Total (74,87%), com predominância de Fibra Insolúvel (54,81%). A polpa apresentou também quantidades razoáveis de Fibra Solúvel(20,06%), açúcares (9,27%) e proteínas (9,79%).
- ◆ As condições operacionais mais adequadas para extrusão da polpa de laranja, em função da resposta global otimizada, foram: temperatura = 145°C; umidade de processamento = 22% e velocidade de rotação da rosca = 126 rpm.
- ◆ O tratamento por extrusão foi efetivo em reduzir o tamanho das partículas da polpa de laranja, diminuindo o número de partículas de tamanho médio (250 a 840  $\mu\text{m}$ ) em 81,30% e aumentando o número de partículas de tamanho pequeno (< 250  $\mu\text{m}$ ) em 153,41%.
- ◆ O processamento da polpa de laranja por extrusão ocasionou uma marcada redistribuição de Fibra Alimentar Insolúvel (FAI) para Fibra Alimentar Solúvel (FAS), diminuindo o conteúdo de FAI em 39,06% e aumentando os teores de FAS até níveis de 81,35%.
- ◆ O conteúdo de Fibra Alimentar total (FAT) apresentou uma diminuição de 7,0% em decorrência de uma provável fragmentação e solubilização de alguns polímeros que não teriam sido totalmente recuperados durante a precipitação alcoólica.
- ◆ Os valores de Pectina Total (PT) apresentaram um aumento máximo de 13,0%. Entretanto o conteúdo de ácidos urônicos no extrato aquoso (Pectina Solúvel) da polpa de laranja evidenciaram um incremento máximo de 709,66% quando comparado com o da polpa não extrusada, indicando assim uma marcada solubilização das substâncias pécticas.
- ◆ A análise dos gráficos de superfície de resposta mostrou que produtos mais escuros (menor valor de  $L^*$ ), mais vermelhos (maior valor de  $a^*$ ), mais amarelos (maior valor de  $b^*$ ) e com mais diferença de cor (maior valor de  $\Delta E^*$ ) foram obtidos em temperaturas maiores de 150°C e níveis de umidade de processo menores de 25%.

- ◆ O processamento de extrusão ocasionou diminuições na massa molecular das amostras de pectina. A redução foi bem mais pronunciada quando as condições de processo foram mais severas. Assim, a pectina obtida da polpa extrusada a 167°C, 30%U e 160 rpm mostrou uma massa molecular média de 5.945,45 dalton, enquanto que pectina de polpa não extrusada apresentou uma massa molecular de 59.361,70 dalton.
- ◆ A viscosidade aparente da fração solúvel da polpa de laranja extrusada apresentou um incremento máximo de 392,10%. Entretanto, diferenças estatisticamente significativas ( $P = 0,0475$ ) na velocidade de hidrólise do amido foram observadas somente logo após os primeiros 10 minutos, quando comparado com o controle. Reduções na Velocidade inicial (Vi); Velocidade final (Vf) e fração facilmente hidrolisável (FH) também foram evidenciadas.
- ◆ As velocidades de difusão da glicose foram retardadas na presença de fibra da polpa de laranja, alcançando um valor máximo de 25,92% durante os primeiros 30 minutos de diálise.
- ◆ O estudo microscópico do material permitiu avaliar a heterogeneidade da polpa de laranja e estimar a diferença da resistência das paredes dos gomos em relação às vesículas de suco após o tratamento de extrusão.
- ◆ A microscopia eletrônica também demonstrou que a maior parte da porosidade e da estrutura celular do endocarpo foi mantida, e que a pectina liberada permanece junto à celulose, envolvendo-a durante a reidratação.
- ◆ O processo de extrusão não modificou a cristalinidade da celulose da polpa de laranja em termos de diminuir o tamanho das regiões cristalinas; ao contrário, promoveu a formação de pequenas áreas cristalinas na direção angular  $2\theta = 14,5^\circ$ .
- ◆ Os parâmetros mais adequados para otimização do processo de extrusão em função do uso da polpa de laranja como substituto da farinha de trigo para elaboração de biscoitos tipo “cookies” (ROB) foram estabelecidas em: temperatura = 140°C; umidade de processo = 22% e velocidade de rotação da rosca = 126 rpm.

- ◆ O estudo demonstrou que é possível a obtenção de biscoitos tipo “cookies” de boa qualidade tecnológica e bom nível de aceitação por substituição até o limite de 15% de farinha de trigo por polpa de laranja extrusada.
- ◆ A aplicação da polpa de laranja extrusada em produtos de panificação pode ser considerada promissora, uma vez que na sua composição observa-se um marcado incremento no conteúdo de Fibra Alimentar Solúvel como consequência do processo de extrusão, podendo, talvez, ser utilizado no tratamento de diabetes e doenças cardiovasculares.

## **6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- ADIOTOMRE, J.; EASWOOD, M.A; EDWARDS, C.A; BRYDON, W.G. Dietary fiber: In vitro methods that anticipate nutrition and metabolic activity in humans. **Am. J. Clin. Nutr.**, v.52, p.128-134, 1990.
- AGUIRRE, J.M; TRAVAGLINI, D.A. Secagem de polpa resultante da extração do suco de laranja. **Colet. ITAL, Campinas**, v. 17 n.2, p. 157-166, Jul. /Dez. 1987.
- AHMED, A.R.; LAVAVITCH, J.M. A simplified method for accurate determination of cell wall uronide content, **Journal of Food Biochemistry**, v.1, p.361-365, 1977.
- ALABASTER, O. Dieta e prevenção de câncer: Fibras podem reduzir mortalidade pré-matura, In: **I Simpósio Internacional de Fibras Alimentares e Saúde**. São Paulo, p.4-5, 1990.
- AMADO, R. Physico-chemical properties related to type dietary fiber. In: **Physicochemical properties of dietary fiber and effect of processing on micronutrients availability**. Amado R.; Barry, J.L.; Frolich, W. (ed.). Luxemburgo, 1994, p.49-54.
- AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS. **Approved methods of the AACC**, 8 ed. Saint Paul, v. 1-2, 1995.
- ANDERSON, N.E.; CLYDESDALE, F.M. Effect of processing on dietary fibre content of wheat bran, pureed green beans and carrots. **J. Food Sci.** v.45, p.1533-1537, 1980.
- ANDERSON, R.A.; CONWAY, H.F.; PFEIFER, V.F. Gelatinization of corn grits by roll and extrusion cooking. **Cereal Science today**, v.14, n.1, p. 11-12, 1969.
- ANDERSON, Y.; HEDLUND, B. JONSSON, L.; SVENSSON, S. Extrusion cooking of a high-fiber cereal products with crispbread character. **Cereal Chemistry**, Saint Paul, v.58, n.5, p. 370-374, 1981.
- AREAS, M.A. **Estudo dos efeitos da polpa de laranja sobre parâmetros fisiológicos, nutricionais, bioquímicos e morfológicos em ratos normais e diabéticos**. 158p. Campinas 1994. Tese (Doutorado)-FEA/UNICAMP.
- ARORA, A.; CAMIRE, M.E. Performance of potato peels in muffins and cookies. **Food Research International**. v.27, n.1, p.15-22, 1994.
- ARRIGONI, E.; CAPREZ, A; AMADO, R.; NEUKOM, H. Chemical composition and physical properties of modified dietary fibre sources. **Food Hydrocolloids**, v.1, p.57-67, 1986.
- ARTZ, W.E.; WARREN, C.; VILLOTA, R. Twin - screw extrusion modification of a corn fiber and corn starch extruded blend. **J Food Sci. Pennsylvania**, v.55, n.3, p. 746-754, 1990.

- ASPINALL, G.O. Classification of polysaccharides, In: Aspinall, G.O. eds., **The Polysaccharides**. v.2, p.1-9, Academic Press-Inc. (London)-Ltd., 1983.
- BADRIE, N.; MELLOWES, W.A. Effect of extrusion variables on cassava extrudates **Journal of Food Science**, Chicago, v.5, n.5, p.1334-1337, 1991.
- BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I.S.; BRUNS, R.E. **Planejamento e Otimização de Experimentos**. Ed.da UNICAMP, 1995, 299p.
- BECKER, H.G.; STELLER, W.; FELDHEIM, W.; WISKER, E.; KULIKOWSKI, W.; SUCKOW, P.; MEUSER, F.; SEIBEL, W. Dietary fiber and bread: Intake, enrichment, determination and influence on colonic function. **Cereal Foods World**, v.31, n.4, p.306-310, 1986.
- BELSHAW, F. Citrus flour - a new fiber, nutrient source. **Food Products Development**, Chicago, v.12, n.7, p.35, 1978.
- BERTIN, C.; ROUAU, X.; THIBAULT, J.F. Structure and properties of sugar beet fibres. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v.44, p.15-29, 1989.
- BHATTACHARYA, M.; HANNA, M.A Extrusion processing of wet corn gluten meal. **Journal of Food Science**. v.50, p.1508-1509, 1985.
- BJÖRCK, I.; NYMAN, M.; ASP, N.G. Extrusion cooking and dietary fiber content on degradation in the rat intestinal tract. **Cereal Chem.** v.6, n.2; p.174-179, 1984.
- BLUMENKRANTZ, N.; ASBOE-HANSEN, G. New method for quantitative determination of uronic acids. **Anal. Biochem.** v.54, p.484-488, 1973.
- BOX, G.E.P.; WETZ, J. Criteria for judging adequacy of estimation by an approximate response function, University of Wisconsin. **Tecnical Report**. 9, 1973.
- BOX, G.E.P.; WILSON, K.B. On the experimental attainment of optimum condition. **Journal Royal Statistics**, n.3, p.1-45, 1951.
- BOX, G.P.; DRAPER, N.R. Empirical model-building and response surfaces, New York, J. Wiley & Sons, 1987, 669p.
- BRADDOCK, R.J. Utilization of citrus juice vesicle and peel fiber. **Food Technology**, Chicago, v. 37, n. 12, p. 85-87, 1983.
- BRADDOCK, R.J.; KESTERSON, J.W. Stabilization of carotenoids in dried citrus flavedo. **J. Food Sci.** Chicago, v. 39, p. 712, 1974.
- BRADDOCK, R.J.; CRANDALL, P.G. Carbohydrate fiber from orange albedo. **J Food Sci.**, Chicago, v. 46, p. 650-654, 1981.

- BRADDOCK, R.J.; GRAUMLICH, T.R. Composition of fibre from citrus peel, membranes, juice vesicles and seeds. **Lebensmittel Wissenchard Und Technology**, Zurich, v.14, p. 229-231, 1981.
- BRAVERMAN, J.B.S. **Citrus Products: Chemical composition and chemical technology** Interscience Publisher, ING. New York, London, 1949, p.424.
- BRETT, C.; WALDRON, K. **Physiology and biochemistry of plant cell walls**. In: Black, M.; Champ, J.(eds). Unwin Hyman, London, 1990.
- BROWN, M.; KILMER, R.L.; BEDIGIAN, K. Overview and trends in the fruitjuice processing industry. In: Nagy, S.; Chen, C.S.; Shaw, P.E. **Fruit juice processing technology**. Auburndale, Fl.: Agscience, p.73-109, 1992.
- BRUEMMER, J.M.; MORGESTERN, G.; BRACK, G.; HANEFORTH, V. Production of baking goods enriched with beet fibre. **Brot. & Backwaren**, v.37, n.5, p.201-208, 1989.
- BURKITT, D.P.; TROWELL, H.C. Refined carbohydrate foods and disease. Some implications of dietary fibre. Monograph, **Academic Press**, London, England, 1975.
- CAMIRE, M.E.; KING, C.C. Protein and fiber suplementation effects on extruded cormeal snack quality, **Journal of Food Science**, v.56, n.3, p.760-763, 1991.
- CAMIRE, M.E.; ZHAO, J.; VIOLETTE, D.A. In-vitro binding of bile acids by extruded potato peels. **J. Agric. Food Chem.** v.41, p.2391-2394, 1993.
- CAPREZ, A; ARRIGONI, E.; AMADO, R.; NEUKOM, H. Influence of differents types of thermal treatment on the chemical composition and physical properties of wheat bran. **J.Cereal Sci.** v.4, p.233-239, 1986.
- CHAMP, M.; CHERBUT, C.; LECLÈRE, C.; COHEN, A. How viscous dietary fiber may affect absorption of nutrients?. **FASEB J 2 A443** (abstr).
- CHANG, M.; CHOU, T.; TSAO, G. Struture, pre-treatment and hydrolisis of cellulose. **Advances in Biochemical Engineering**, Berlin, v.20, p.15-42, 1981.
- CHATTERJEE, P.K.; NGUYEN, H.V. **Mecanism of liquid flow and structure property relation**. In: Absorbancy, ed. Chatterjee, P.K. Elsevier, Amsterdan, thr Netherlands, pp.29-84, 1985.
- CHAVES, J.B.P. **Control de qualidade para Industries de Alimentos**. Viçosa: Imprensa de UFU, 1980, p.18-30.
- CHEFTEL, J.C.; CHEFTEL, H. **Frutas e legumbres, en: Introducción a la Bioquímica y Tecnología de los Alimentos**, v.1; Zaragoza – España, 1979, 333p.

- CHEN, C.S.; SHAW, P.E.; PARISH, M.E. Orange and tangerine juices, In: Nagy, S.; Chen, C.S.; Shaw, P.E., **Fruit juice processing technology**, Auburndale, Fl.: Agscience, p.110-165, 1992.
- CHEN, H.; RUBENTHALER, G.L.; LEUNG, H.K.; BARANOWSKI, J.D. Chemical, physical, and baking properties of apple fiber compared with wheat and oat bran. **Cereal Chemistry**. v.65, n.3, p.244-247, 1988.
- CHO, M.K.; LEE, W.J. Preparation of high fiber bread with soybean curd residue and makkolli (rice wine) residue. **Journal of the Korean Society of Food Science and Nutrition**. v.25, n.4, p.632-636, 1996.
- CHRISTENSEN, P.E. Methods of grading pectin in relation to the molecular weight (Intrinsic viscosity) of pectin **Food Reserch** v.19, p. 163 - 172, 1954
- COCHRAN, B.Y.; COX, G.M. **Experimental designs**. 2 ed. New York: John Wiley, 1964.
- COLONNA, P.; DOUBLER, J.L.; MELCION, J.P.; MONREDON, F.; MERCIER, C. Extrusion cooking and drum drying of wheat starch. I. Physical and macromolecule modifications. **Cereal Chemistry**, Saint Paul, v.61, n.6, p.538-543, 1984.
- COLLINS, J.L.; POST, A.R. Peanut hull fiber as a potential source of dietary fiber. **Journal of Food Science**, v.46, p.445, 1981.
- CONE, J.W. Degradation of starch in feed concentrates by enzymes, rumen fluid and rumen enzymes. **J. Sci. Food Agric.** v.54, p.23-24, 1991.
- CUMMING, J.H.; ENGLYST, H.N. Fermentation in the human large intestine and available substrates. **Am. J. Clin. Nutr.** v.45, p.1243-1255, 1987.
- DELORT-LAVAL, J.; MERCIER, C. Évaluation de divers traitements technologiques des céréales: choix des traitements et étude de leur influence sur la fraction glucidique du blé, de l'orge et du maïs. **Ann. Zootech.**, v.1, n.25, p.3-12, 1976.
- DOUGHERTY, M.; SOMBKE, R.; IRVINE, J.; RAO, C.S. Oat fibers in low calorie breads, Soft-type cookies and pasta. **Cereal Foods World**, Minneapolis, v.33, n.5, p. 424-427, 1988.
- DRAPER, N.R.; SMITH, H. **Applied Regression Analysis**. John Wiley & Sons, Inc., New York, 1966. 407p.
- DUNN, J.A.; BAYLEY, C.H. Factors influencing checking in biscuits. **Agricultural Biochemistry**, Minnesota. Agricultural experiment station, St. Paul, n.5, p.395-430, 1928.
- EAKS, I.L.; SINCLAIR, W.B. Cellulose – hemicellulose fractions in the alcohol-insoluble solids of valencia orange peel. **J Food Sci** v. 45, p.985-988, 1980.

- EASTWOOD, M. A.; MORRIS, E.R. Physical properties of dietary fiber that influence physiological function: A model for polymers along the gastrointestinal tract. *Am. J. Clin. Nutr.*: v.55, p.436- 442, 1992.
- EBIHARA, K.; KIRIYAMA, S. Comparative effects of water-soluble and water-insoluble dietary fibers on various parameters relating to glucose tolerance in rats. *Nutr. Rep. Int.* n.26, 193-201, 1982.
- EDELMANN, H.G.; FRY, S.C. Factors that affect the extraction of xyloglucan from the primary-cell walls of suspension-cultured rose cells, *Carbohydr. Res.* v. 228, n.2, p.423- 431, 1992.
- EL-DASH, A.A.; CAMARGO, C.; DIAZ, N.M. Fundamentos de química e control de qualidade de cereais. Campinas, *Fundação tropical de pesquisa e tecnologia*, 1981, 187p.
- ERASO, F.; HARTLEY, R.D. Monomeric and dimeric phenolic constituents of plant cell walls – possible factors influencing wall biodegradability. *J. Sci. Food Agric.* v.51, p.163-170, 1990.
- FAUBION, J.M.; HOSENEY, R.C.; SEIB, P.A. Functionality of grain components in Extrusion *Cereal Food World*. v.27, n.5, p.212, 1982.
- FERGUSON, R.R.; FOX, K.I. Dietary citrus fibers. *Trans. Citrus Eng. Conf.* A.S.M.E., Lakeland, Fla., v.24, p. 23, 1978.
- FLEMING, I.D.; PEGLER, H.F. Determination of glucose in the presence of maltose and isomaltose by a stable, specific enzymic reagent. *Analyst*. v.8, p. 967-974, 1963.
- FORNAL, L.; SORAL – SMIETANA, M.; SZPENELOWSKI, J. Chemical characteristics and fisico-chemical properties of the extruded mixtures of cereal starches. *Starch/Staerke*, v.39; n.75, 1987.
- FOX, K.I. Potential new products from citrus. *Citrus Industry*, Bartow, v. 61, n. 9, p. 26, 28 - 29, 33, 35 -36, 38 - 39, 45, Set. 1980.
- FRY, S.C. Cross-linking of matrix polymers in the growing cell walls of angiosperms. *Ann Rev Plant Physiol.* v.37, p.165-186, 1986.
- GAHAN, P.B. *Plant Histochemistry and cytochemistry– An introduction*. Academic Press, New York. 1948.
- GAINES, C.S.; KASSUBA, A.; FINNEY, P.L. Instrumental measurement of cookie hardness. I. Assesment of methods. *Cereal Chem.* v.69, n.2, p.115-119, 1992.
- GAMA, H.A. A importância das fibras alimentares na prevenção de doenças intestinais. In: *I Simpósio Internacional de fibras alimentares e saúde*. São Paulo. p.5-6, 1990.
- GILBERT, I.; TSAO, G. Interaction between solid substrate and cellulose enzymes in cellulose hydrolysis. *Annual reports on Fermentation Processes*, Osaka, v.6, p.323-358, 1983.

- GOLD, L.A.; McCOURT, J.P.; MERIMEE, T.J. Pectin: An examination in normal subjects, **Diabetes Care**, v.3, p.50, 1980
- GORCZYCA, C.; ZABIK, M. High fiber sugar-snap cookies containing cellulose and coated cellulose products. **Cereal Chem.** v.56, n.6, p.537-540, 1979.
- GORDON, T.D. Functional properties vs. physiological action of total dietary fiber. **Cereal Foods World**: v.34, n.7, p.517-525, 1989.
- GOULD, M. Enhanced polysaccharide recovery from Agricultural residue and perennial grasses treated with alkaline hydrogen peroxide. **Biotechnol & Bioeng**, New York, v. 27, p.893-896, 1985.
- GOULD,M.J.; JASBERG, B.K.; DEXTER, L.B.; HSU, J.T.; LEWIS, S.M.; FAHEY, G.C. High-fiber, noncaloric flour substitute for baked foods. Properties of alkaline peroxide treated lignocelulose. **Cereal Chemistry**, Saint Paul, v.66, n. 3, p. 201-205, 1989.
- GOURGUE, C.; CHAMP, M.; GUILLOU, F.; DELORT-LAVAL, J. Effect of extrusion-cooking on the hipoglycaemic properties of citrus fibre: An in vitro study. **J. Sci Food Agric**, Nantes-France, v.64, p. 493-499, 1994.
- GOURGUE, C.M.; CHAMP, M.M.; LOZANO, Y.; DELORT-LAVAL, J. Dietary fiber from mango by products: Characterization and hypoglycemic effects determined by in vitro methods. **J. Agric. Food Chem.** v. 40, p. 1864-1868, 1992.
- GUILLOU, F.; BARRY, J.L.; THIBAULT, J.F. Effect of autoclaving sugar-beet fibre on its physico-chemical properties and its in vitro degradation by human faecal bacteria, **J.Sci. Food Agric.** v.60, p.69-79, 1992.
- GUILLOU, F.; RENARD, C. HOSPERS, J.; THIBAULT, J.F.; BARRY, J.L. Characterisation of residual fibres from fermentation of pea and apple fibres by human faecal bacteria, **J.Sci. Food Agric.** v.68, p.521-529, 1995.
- HANSEN, W.E.; SCHULZ, G. The effect of dietary fiber on pancreatic amylase activity in vitro. **Hepato-Gastroenteral**, v.29, p.157-160, 1982.
- HASENBORG, E.; HIMMELSTEIN, A. Quality problems with high-fiber bread solved by use hemicellulase enzymes. **Cereal Food World**, v.33, n.5, p.419-422, 1988.
- HASSE, G. The orange. A Brasilian Adventure 1500-1987. **Coopercitrus Industrial Frutesp S.A.** Duprat and lobe Pub. Co., São Paulo, Brasil, 1987.
- HEARN, C.J. Production trends around the world. Part 1 United Stated. In: Wardowski, W.F.; Nagy, S.; Grierson, W. (ed) **Fresh Citrus Fruits**, New York: AVI Book, Van Nostrand Reinhold, p.127-132, 1986.

- HELLER, S.N.; RIVER, J.M.; KACKLER, L.R. Dietary fiber: The effect of particle size and pH on its measurement. **J Food Sci.** V.42, p.436-439, 1977.
- HENDERSON, S.M.; PERRY, R.L. Size reduction In: **Agricultural process engineering**. 3 ed. Westport: Avi publishing, 1976, 442p., p.130-159.
- HENDRICK, R.; KESTERSON, J.W. By-Products of Florida citrus. Gainsville: Univ. Fla. Agr. Exp. Sta. **Technical Bulletin**, 119p., 1965.
- HEREDIA, A.; GUILLÉN, R.; JIMÉNEZ, A.; FERNANDEZ-BOLAÑOS, J. Review: Plant cell wall structure. **Rev. Esp. Cienc. Technol. Aliment.** v.33, n.2, p.113-131, 1993.
- HEREDIA, A.; JIMENEZ, A.; GUILLEN, R. Composition of plant cell walls, Review. **Zlebensmittel Untersuchung Und-Forschung**, v.200, p.24-31, 1995.
- HIMADRI, K.; DAS, A.; LAMBREV JEN HI TE, S. AKTERIAN, S.; TANCHVEV, S. Response surface modelling of extrusion texturing of defatted soya grits. **J. Food Sci. Technol.** v.29, n.3, p.141-146, 1992.
- HOFFMANN, R.A.; HOMERLING, J.P.; WLIEGENHART, J.F. Structural features of a water-soluble arabinoxylan from the endosperm of wheat **Carbohydr. Res.** v.226, n.2, p.303-311, 1992.
- HOOJJAT, P.; ZABIK, M.E. Sugar-snap cookies prepared with wheat-navy bean-sesame seeds flour blends. **Cereal Chem.**, v.61, n.1, p.41-44, 1984.
- HOSENEY, R.C. Principle of cereal science and technology, St. Paul: **American Association of Cereal Chemists**. 213p. 1986.
- HUNTER, R.S.; HAROLD, R.W. Other scale for color identification. In: **The measurement of appearance**, 2<sup>nd</sup> ed. John Wiley & Sons, New York, p.214, 1987.
- HWANG, J.; KOKINI, J.L. Contribution of the side branches to rheological properties of pectins, **Carbohydrate polymers**, v.19, p.41-50, 1992.
- IIYAMA, K.; LAMB, T.B.; STONE, B.A. Phenolic-acid bridges between polysaccharides and lignin in wheat internodes, **Phytochemistry**, v.29, n.3, 733-737, 1990.
- JASBERG, B.K.; GOULD, J.M.; WARNER, K. High fiber, noncaloric flour substitute for baked foods-alkaline peroxide treated lignocellulose in chocolate cake. **Cereal Chemistry**. v.66, n.3, p.209-213, 1989.
- JELTEMA, M. A.; ZABIK, M.E.; THIEL, L.J. Prediction of cookie quality from dietary fiber components . **Cereal Chem.**, v.60, n.3, p.227-230, 1983.
- JENKINS, D.A.; WOLEVER, T.M.S.; LEEDS, A.R.; GASSUL, M.A.; HAISMAN, P.; DILAWARI, J.; GOFF, D.V.; METZ, G.L.; ALBERTI, K.G.M.M. Dietary fibres, fibre

- analogues and glucose tolerance: Importance of viscosity. **Br. Med. J.** v.1, p.1392-1394, 1978.
- JENKINS, D.J. A.; JENKINS, M.J.A.; WOLEVER, T.M.S.; TAYLOR, R. H.; GHAFARI, H. Slow release carbohydrate: Mechanism of action of viscous fibers. **J. Clin Nutr Gastroenterol**, v.1, p.237-241, 1986.
- JOHNSON, I.T.; GEE, J.M.; GREENWOOD, R.H.; WORTLEY, G.; COOK, D.; ZUMBE, A. The influence of some non-starch polysaccharides on the metabolic response to sucrose-based and fructose-based chocolates in non-insulin-dependent diabetics. **J Sci Food Agric**, v.60, p.121-126, 1992.
- JUNIOR, R.; ZATZ, R. Uso de fibra vegetal na terapia da constipação intestinal. **Bol. SBCTA**, Campinas: v.15, n.4, p.407-420, 1981.
- KATO, Y.; NEVINS, D.J. Structure of a pectic polysaccharide fraction from Zea shoots. **Plant Physiology**, Hirosaki 036, Japan, v.89, n.3, p.792-792, 1989.
- KATZ, E.E.; LABUZA, T.P. Effect of water activity on the sensory crispness and mechanical deformation of snack food products. **Journal of Food Science**, v.46, p.403-409, 1981.
- KEGOYA, Y.Y. Improvement of bread shelf life by the addition of pectin. Dep. Of Food & Nutr. Japan. **Journal of Applied Glycoscience**, v.44, n.2, p.165-168, 1997.
- KESTERSON, J.W.; BRADDOCK, R. J. Processing and potential uses for dried juice sacs. **Food Technology**, Chicago, v. 27, n. 2, p. 50-54, 1973.
- KHURI, A.I.; CORNELL, J.A. **Response Surfaces Designs and Analyses**. Ed. Marcell Dekker, Inc., 1987, p.405.
- KIM, Y.S.; HA, T.Y.; LEE, S.; LEE, H.Y. Properties of dietary fiber extract from rice bran and application in bread making, Korea Food Res. Inst. **Korean journal of Food Science and Technology**. v.29, n.3, p.502-508, 1997.
- KIMBALL, D. A Crystallization of potassium citrate salts in citrus concentrates. **Food Technol.**, v.39, p.76-81, 1985.
- KISSELL, L.T.; PRENTICE, N. Protein and fiber enrichment of cookie flour with brewer's spent grain. **Cereal Chem.**, v.56, n.4, p.261-266, 1979.
- KISSELL, L.T.; MARHALL, J.A.; YAMAZAKI, W.T. Effect of variability in sugar granulation on the evaluation of flour cookies quality. **Cereal Chemistry**. St.Paul. v.50, n.3, p.255 – 264, 1973.
- KISSELL, L.T.; YAMAZAKI, W.T. Protein enrichment of cookie flour with wheat gluten and soy flour derivatives. **Cereal Chem.**, v.52, p.638, 1975.

- KOCH, J. Formation of monopotassium citrate (MPC) in frozen concentrated orange juice (FCOJ) at 65 °Brix. In: **Annual Citrus Processor's Meeting**, 31, p. 12, 1980.
- KRISHNAN, P.G.; CHANG, K.C.; BROWN, G. Effect of comercial oat bran on the characteristics and composition of bread. **Cereal Chem.** v.64, n.1, p.55-58, 1987.
- LAI, C.S.; DAVIS, A.B.; HOSENEY, R.C. Production of whole wheat bread whit good loaf volume. **Cereal Chemistry**, St. Paul, v.66, n.3, p.224-227, 1989.
- LEWIS, M.J. **Propiedades Físicas de los Alimentos y de los sistemas de procesado**. Zaragoza: Acribia, 1993, 494p.
- LIENER, I.E.; KAKADE, M.L. Protease inhibitors. In: **Toxic constituents of plant Foodstuff** (2<sup>nd</sup>. Edn), ed Liener, I.E. Academis Press, New York, USA, 1980.
- LINKO, P.; COLONNA, P.; MERCIER, C. HTST extrusion of cereal based materials, In: Pomeranz, Y. **Advances in Cereal Science and Technology**, American Association of Cereal Chemists, saint paul, v.4, p.145-235, 1981.
- LOPEZ, G.; ROS, G.; RINCON, F.; PERIAGO, M.J.; MARTINEZ, M.C.; ORTUNO, J. Propiedades funcionales de la fibra dietética, mecanismos de acción en el tracto gastrointestinal. **Archivos Latinoamericanos de Nutrición**. v.47, n.3, p.203-207, 1997.
- LUH, B.S.; SARHAM, M.A.; WANG, Z. Pectins and fibres in processing tomatoes. **Food Technol.** (Australia), v.36, n.2, p.70, 1984.
- MacDOWELL, L.G.; MOORE, E.L.; ATKINS, C.D. Method of preparing full flavored juice concentrates. **United States Patent** 2,453, p.109, 1948.
- McCONNELL, A.A.; EASTWOOD, M.A.; MITCHELL, W.D. Physical characteristics of vegetable foodstuffs that could influence bowel movement. **J. Sci. Fd. Agric.** v.25, p.1457, 1974.
- MAILHOT; PATTON, Criteria of flour quality. In: Pomeranz,Y. Wheat chemistry and technology. 3 ed.St. Paul: Americam Association of cereal Chemists. 1988, cao. 2, 84p.
- MANOHARKUMAR, B.; GERSTENKORN, P.; SEILER, K.; BOLLING, H. On measurement of colour of maize and its products. **Indian J. Food Sci. Technol.** V.15, p.1978.
- MANZI, A.E.; ANCIBOR, E.; CEREZO, A.S. Cell-wall carbohydrates of the endosperm of the seeds of *Gledistia triacanthos*. **Plant Physiol.** v.92, p.931-938, 1990.
- MARQUES, L.M.R. **Efeito da temperatura de extrusão, umidade da matéria-prima, teor de amido e sacarose nas características tecnológicas e nutricionais de produtos extrusados de germe de trigo**. 192p.Campinas, 1992. dissertação (Mestrado) FEA/UNICAMP.

- McCORMICK, R.D. New fiber functionalities contribute to food systems. **Food Development**, Chicago, v. 15, n. 7, p. 42-43, 1981.
- McCREADY, R.M. Pectin and Pectinic Acid Extraction of pectin from citrus peel and conversion of pectin to pectic acid, **Western Regional Research laboratory**, U.S. Department of Agriculture Albany, California. p.167 - 170, 1952.
- MERRIL, R.C.; WEEKS, M. The thermal degradation of pectin, **J.Am. Chem. Soc.** v. 67, p.2244, 1945.
- MINOLTA, Co., Ltd. Precise color communication: **Color controle from feeling to instrumentation**, 1944.
- MOK, C.; PYLER, R.E.; McDONALD, C.E.; NAM, Y.; MIN, B. Extrusion process of barley flour for snack processing. **Korean Journal Food Science Technology**, Seul, v.16, n.4, p.429-436, 1984.
- MONGEAU, R.; BRASSARD, R. Insoluble dietary fiber from breakfast cereals and brans: Bile salt binding and water-holding capacity in relation to particle size. **Cereal Chemistry**, Ottawa, v.59, n.5, p.413-417, 1982.
- MOREIRA, C.S.; MOREIRA, S. História da citricultura no Brasil. In: Rodriguez, O. Viegas, F.; Pompeu Junior, J.; Amaro, A.A., **Citricultura Brasileira**. 2. Ed. Campinas: Fundação Cargill, v.1, p.55-83, 1991.
- NOGUCHI, A.; MOSSO, K.; AYMARD, C.; JEUNINK, J.; CHEFTEL, J.C. Maillard reactions during extrusion-cooking of protein eneiched biscuits. **Lebensmittel-Wissenschaft & Technologie**, London, v.15, n.2, p.105-110, 1982.
- OLIVERA, S.P.; REYES, F.G.R. Biscuits with a high content of corn fibre: Preparation, chemical and technological characterization, and acceptability. **Ciencia e tecnologia de alimentos**, v.10, n.2, p.273-286, 1990.
- OLKKU, J.; HAGQVIST, A.; LINKO, P. Steady-state modeling of extrusion cooking by RSM. In: JOWITT, R., ed. **Extrusion cooking technology**. London: Elsevier Applied Science Publishers, 1984, p.27-50.
- OLSON, A.; GREGORY, M. GRAY, G.; CHIU, M.C. Chemistry and analysis of soluble dietary fiber. Most methods available for analyzing soluble dietary fiber have considerable merit; what is needed is a reference procedure that will reduce discrepancies in reported soluble fiber values. **Food Technology**, v. 41, n.2, p.71-80, 1987.
- PARROTT, M.E.; THRALL, B.E. Functional properties of various fibers: Physical properties. **J. Food Sci.** v.43, p.759-763, 1978.
- PASSY, N.; MANNHEIM, C.H. The dehydration, shelf-life and potential uses of citrus pulps. **Journal of Food Engineering**, v.2, p.19-34, 1983.

- POMERANZ, Y. Functional properties of food components. **Academic Press**, New York, p.536, 1985.
- POMERANZ, Y. Wheat chemistry and technology. **American Association of cereal chemistry**. St. Paul, Mn. 1971.
- POMERANZ, Y.; SHOGREN, M.D.; FINNEY, K.F.; BETCHEL, D.B. Fiber in breadmaking effects on functional properties. **Cereal Chemistry**, Saint Paul, v. 54, n. 1, p. 25, 1977.
- PORZIO, M.A.; BLAKE, J.R. Washed orange pulp: characterization and properties, In: Unconventional sources of dietary fiber, I. Furda. Ed., **Am. Chem. Soc.** Washington, DC, p.191-204, 1983.
- POURCHET-CAMPOS, M.A. Fibra: A fração alimentar que desafia os estudosos. **Alim. Nutr.** São Paulo, v.2, p.52-63, 1990.
- PRENTICE, N.; D'APPOLONIA, B.L. High fiber bread containing: brewer's spent grain. **Cereal Chem.**, v.54, n.5, p.1084-1095, 1977.
- PROSKY, L.; ASP, N.G.; FURDA, I.; DEVRIES, J.M.; SCHWEEIZER, T. F. Determination of insoluble, soluble, and total dietary fiber in foods and food products: Interlaboratory Study. **Journal of Association of Official Analytical Chemists**, Arlington, v.71, n. 5, p. 1017-1023. 1988.
- QIAN, J.Y.; DING, X.L. Effect of twin-screw extrusion on the functional properties of soja fibre, **J. Sci Food Agric.** v.71, p.64-68, 1996.
- RAINBIRD, A.L.; LOW, A.G.; ZEBROWSKA, T. Effect of guar gum on glucose and water absorption from isolated loops os jejunum in conscious growing pigs. **Br. J. Nutr.** v.52, p.489-498, 1984.
- RALET, M.C.; THIBAULT, J-F.; VALLE, D. G. Influence of extrusion-cooking on the physico-chemical properties of wheat bran. **J. Cereal Sci.** v.11, p.249-259. 1990.
- RALET, M.C.; THIBAULT, J.F.; VALLE, D.G. Solubilization of sugar-beet pulp cell wall polysacarydes by extrusion-cooking, **Lebensm-Wiss. U. Technol.** Nantes-France, v. 24, p. 107-112, 1991.
- RALET, M.C.; VALLE, D.G.; THIBAULT, J.F. Raw and extruded fibre from pea hull. Part I: Composition and physico chemical properties, **Carbohydrate Polymers**, Nantes-France, v. 20, p. 17-23, 1993.
- RANHOTRA, G.S.; GELROTH, J.A.; EISENTRAUN, G.J. High-fiber white flour and its use in cookie products., **Cereal Chem.**, v.68, n.4, p.432-434, 1991.
- RENARD, C.M.; ROUAU, X. THIBAULT, J.F. Structure and properties of water-soluble pentosans from wheat-flour, **Sci. Aliments.** v.10, n.2, p.283-292, 1990.

- RIBEIRO, C. Efeito da adição da polpa de laranja nas características reológicas da massa e na qualidade tecnológica do pão. Campinas, 1996 126p. dissertação (Mestrado)-Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.
- ROBERSTON, J. A; EASTWOOD, M. A. An investigation of the experimental conditions which could affect water holding capacity of dietary fiber. *J.Sci Food Agric.* v.32, p. 819-825, 1981.
- ROYAL, D.; WOLEVER, T.M.; JEEJEEBHAY, K.N. Clinical significance of colonic fermentation. *Am. J. Gastroenterol.* v.85, p.1307-1312, 1990.
- SACH, L.G. **Farinhas mistas com alto teor de fibra. Efeito na qualidade do pão tipo francés.** Londrina, 1989. 112p. dissertação (Mestrado-Fundação Universidade Estadual de Londrina).
- SANCHEZ, C.; KLOPFENSTEIN, C.F.; WALKER, C.E. Use of carbohydrate-based fat substitutes and emulsifying agents in reduced-fat shortbread cookies. *Cereal Chem.* v.72, n.1, p.25-26, 1995.
- SASAKI, T.; TANAKA, T.; NAMBU, Y.; SATO, Y.; KAINUMA, K. Correlation between X-ray diffraction measurements of cellulose crystalline structure and susceptibility to microbial cellulase. *Biotechnology and Bioengineering.*, v. XXI, p.1031-1042, 1979.
- SCHENEEMAN, B.O. Dietary fibre: physical and chemical properties, methods of analysis, and physiological effects. *Food Technol.* v.40, n.2, p.104-110, 1986.
- SCHENEEMAN, B.O. Soluble vs. insoluble fiber. Different physiological responses. *Food Technol.* p. 81-82, febrero 1987.
- SELVENDRAN, R.R. The plant cell wall as a source of dietary fiber: Chemistry and structure. *Am. J.Clin. Nutr.* v.39, p.320 – 337, 1984.
- SGARAMELLA, S.; AMES, J.M. The devlopment and control of colour in extrusion cooked foods, *Food Chemistry*, Great Britain, n.46, p.129 – 132, 1993.
- SHAFER, M.A.; ZABIK, M.E. Dietary fiber sources for baked products: Comparation of wheat bran and other cereal brans in layer cake. *J. Food Sci.*, Chicago, v. 45, n. 3, p.375, 1978.
- SIDDQUI, I.R.; EMERY, J.P. Studies on vegetables. Investigation of an arabinan from parsnip (*Pastinica sativa*). *J. Agric. Food Chem.*v.38, p.387-389, 1990.
- SILJESTRÖM, M.; WESTERLUND, E.; BJÖRCK, I.; HOLM, J.; ASP, N.G.; THEANDERS, O. The effect of various thermal prosses on dietary fibre and starch content of whole grain wheat and white flour. *Journal of Cereal Science*, v.4, p.315-323, 1986.
- SILVA, M.R. **Aplicação da farinha de Jatobá (*Hymenaea stegonocarpa mart.*). Elaboração de biscoitos tipo “cookie”com alto teor de fibra alimentar: Otimização de formulações**

- por testes sensoriais afetivos. Campinas 1997, 151p. (Doutorado) Universidade Estadual de Campinas-UNICAMP.
- SILVA, R.S.; BORSATO, D. Análise de bio-sistemas através de delineamento fatorial: Otimização pelo método super simplex modificado. *Arq. Biol. Tecnol.*, SP. v.28, n.4, p. 521-533, 1985.
- SIMPSON, J.I.; HALLIDAY, E.G. Chemical and biological studies on the desintegration of cell-membrane materials in vegetables during cooking, *Food research*. v.6, p.189, 1941.
- SMITH, W.H. Biscuits, crackers & cookies: **Technology, production & management**. New York: MFI, 1972, v.1, 737p.
- SOMOGYL, L.P. Prunes, a fiber - rich ingredient. **Cereal Food World**, Minneapolis, v.32, n.8, p.541-544, 1987.
- SOSULSKI, F.W.; CADDEN, A.M. Composition and physiological properties of several sources of dietary fiber, *J. Food Sci.* v.47, p.1472-1477, 1982.
- STEPHEN, A.M. Other plant polysaccharides, In: Aspinall, G.O. ed., **Carbohydrates**. Academic press. Inc. (London)-Ltd., v.2, p.11-95, 1983.
- STODDART, R.W. The biosintesis of policaccharides, Source (Bibliography citation): New York (USA).**Macmillan Pub.**, 1984. 354.
- STONE, H.; SIDEL, J.L. Affective testing. In: **Sensory evaluation practices**: Academic Press, Florida, USA. p. 227-252, 1985.
- STROHL, R.J. The explosive growth of the Brazilian FCOJ Industry. **Agribusiness Worldwide**, Wesport, v. 3, n. 1, p. 8-17, 1981.
- TANGKANAKUL, P.; TUNGTRAKUL, P.; VATANASUCHART, N.; AUTTAVIBOONKUL, P.; NIYOMVIT, B. Physical and chemical properties. Inst. of Food Res. **Thailand. Food**. v.25, n.2, p.95-107, 1995.
- TANGLERTPAIBUL, T.; RAO, M.A. Intrinsic viscosity of tomato serum as affected by methods of determination and methods of processing concentrates. **Journal of Food Science**, v.52, n.6, pp. 1642-1688, 1987.
- THE SAS SYSTEM for windows 3,95 – Release 6,08 **SAS Institute, Inc.** cary, NC, USA, 1992.
- THIBAULT, J.F. Automatization du dosage des substances pectiques par la methode ou metahydroxydiphenile. **Lebensm Wiss Technol**, Zurich, v. 12, p. 247-251, 1979.
- TING, S.V.; ROUSEFF, R.L. Citrus fruit and their products. **Analysis and Technology**. Lake Alfred, Florida, 1986, 293p.

- TOLLIER, M.; GUILBOT, A. Le mais grain: préstockage, sechage et qualité. IV. Caractéristiques de la fraction glucidique des échantillons de mais grain. *Ann. Zootech.*, v.20, p.633-640, 1971.
- TOLLIER, T.; ROBIN, J.P. Adaptation de la méthode à l'orcinol sulfurique au dosage automatique des glucides neutres totaux: conditions d'application aux extraits d'origine végétale. *Ann. Technol. Agric.* v.28, p. 1-15, 1979.
- TOMA, R.B.; ORR, P.H.; D APOLONIA, B.; DINTZI, F.R.; TABEKHIA, M.M. Physical ans Chemical properties of potato peel as a source of dietary fiber in bread. *J. Food Sci*, Chicago, v. 44, p. 1404-1407, 1979.
- TOWNSEND, G.M. Cookies, crackers, and other flour confectionery. In: BOOTH, G. *Snack Food*. New York, Van Nostrand Reinhold, 1990. P.3-70.
- TSEN, C.C.; EYESTONE, W.; WEBER, J.L. Evaluation of the quality of cookies suplemented with destiller' dried grain flours. *J. Food Sci.*, v.47, p.684-685, 1982.
- VALIENTE, C.; ARRIGONI, E.; ESTEBAN, R.M.; AMADO, R. Chemical composition of olive by-products and modification through enzymatic treatments. Univ. Autonoma de Madrid, Spain, *Journal of the Science of Food and agriculture*, v.69, n.1, p.27-32, 1995.
- VAN SOEST, P. J.; WINE, R. H. Use os detergents in the analysis of fibrous feeds. IV. Determination of plant cell-wall constituents. *Journal of the A.O.A.C.*, v.50, n.1, p.50-55, 1967.
- VAN SOEST, P.J. Dietary fibers: Their definition and nutritional properties, *Am. J. Clin. Nutr.* v.31, p.12-20, 1978.
- VAN SOEST, P.J. Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. II. A rapid method for the determination of fiber and lignin. *Journal of the A.O.A.C.*, v.46, p.829-835, 1963.
- VAN SOEST, P.J. Use of detergents in the analysis of fibrous feeds. III. Study of effects of heating and drying on yield of fiber and lignin in forages. *Journal of the A.O.A.C.*, v.49, p.546, 1965.
- VARO, P.; LAINE, R.; KOIVISTOINEN, P. Effect of heat treatment on dietary fiber: Interlaboratory study. *J. Assoc. of Anal Chem.* v.66, p.933, 1983.
- VARO, P.; VEIJALAINENK, K.; KOIVISTIONEN, P. Effect of heat treatment on the dietary content of potato on tomato. *Journal of food Technol*, v.19, p.485-492, 1984.
- VIEGAS, F.C.P.; GUIMARÃES, J.A.B. Citrus fruit for pocessing in Brazil. In: **INTERNATIONAL CONGRESS OF FRUIT JUICE**, 11, 1991, São Paulo, SP, Brasil. Repots. Paris, 1992, p.1-27.

- VILELA, E.R.; EL-DASH, A.A. Extrusão de farinha de Guandu (*Cananus cajan* mill sp.) I. Efeito das variáveis do processo nas características químicas, físicas e fisico-químicas dos produtos extrusados. **Revista da SBCTA**, Campinas, v.7, n 2, p.97-116, 1987.
- VOLLENDORF, N.W.; MARLETT, J. A. Dietary fiber contents and composition in home-prepared and commercially baked products: analysis and prediction. **Cereal Chem.**, v.71, n.1, p.99-105, 1994.
- VRATANINA, D.L.; ZABIK, M.E. Dietary fiber sources for baked products: Bran in sugar-snap cookies. **J. Food. Sci.**, v.43, n.5, p.1590-1594, 1978.
- WADE, P. Biscuits, cookies & crackers: The principles of the craft. New york: **Elsevier Applied Science**. V.1, p.176, 1988.
- WAKABAYASHI, K.; SAKURAI, N.; KURAISHI, S. Effects of ABA on synthesis of cell-wall polysaccharides in segments of etiolated squash hypocotyl. **Plant Cell Physiol.** V.30,p.99-105, 1989.
- WANG, W. M.; KLOPFENSTEIN, F. and PONTE, J.R. Effect of twin-screw extrusion on the physical properties of dietary fiber and other components of whole wheat and wheat bran and on the baking quality of the wheat bran. **Cereal Chemistry**, v.70, n.6, p.709-711, 1993.
- WASZCZYNSKYJ, N.; RAO, C.S.; DA SILVA, R.S.F. Extraction of proteins from wheat bran: application of carbohydrases. **Cereal Chemistry**, v.58, n.4, p.264-266, 1981.
- WEIMER, P. J.; HACKNEY, J. M.; FRENCH, A .D. Effects of chemical treatments and heating on the crystallinity of celluloses and their implications for evaluating the effect of cristallinity on cellulose biodegradation. **Biotechnology and Bioengineering**. v.48, p.169-178, 1995.
- WHISTLER, R.L.; RICHARDS, E.L., Hemicelluloses In: **The Carbohydrates**. Chemistry and Biochemistry, In: Pigman, W.; Horton, D. eds, Academic Press.. v.2, p.447-469, New York, 1970.
- WILLIAMS, S. Nutrition and diet therapy, 5 ed. **Time Mirrow/Morby College publishing**: New York, p.21-48, 1985.
- WILSON, C.W.; BISSETT, O.W.; BERRY, R.E. Three types of citrus peel waste as sources of color. **J. Food Sci**, Chicago, v. 36, p. 1033, 1971.
- WILSON, W.D.; JARVIS, M.C.; DUNCAN, H.J. In-vitro digestibility of kale (*Brassica oleracea*) secondary xylem and parenchyma cell walls their polysacharyde components. **J.Sci Food Agric.** v.48, n.1, p.9-14, 1989.
- WISKER, E. FELDHEIM, W. Dietary fiber in cereals. **Advances in Cereal Science and Technology**. West. Germany, v.7, cap.4,p.169-238, 1985.

- WOOD, P.J.; BRAATEN, J.T.; SCOTT, F.W.; RIEDEL, D.; POSTE, L.M. Comparisons of viscous properties of oat and guar gum and the effects of these and oat bran on glycemic index. **J. Agric. Food Chem.** v.38, p.753-757, 1990.
- YAMAZAKI, W.T.; DONELSON, J.R.; KWOLEK, W.F. Effects of flour fraction composition on cookie diameter, **Cereal Chem.**, v.54, p.352, 1977.
- ZABIK, M.E.; SHAFER, M.A.; KUKROWSKI, B.W. Dietary fiber source for baked products. Comparison of cellulose types and coated cellulose products in layer cakes. **J. Food Sci.** Chicago, v. 42, n. 6, p. 1428-1431, 1977.

## *7. ANEXOS*

**ANEXO 1.** Modelo de regressão <sup>(1)</sup>, análises de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados experimentais de Fibra Alimentar Insolúvel (FAI)

$Y_1 = 35,78 - 2,25x_1 + 0,12x_2 - 0,12x_3 - 0,04x_1^2 + 0,035x_2^2 + 0,16x_3^2 + 0,22x_1x_2 + 0,68x_1x_3 + 0,61x_2x_3$									
(0,30)	(0,20)	(0,20)	(0,20)	(0,19)	(0,19)	(0,19)	(0,26)	(0,26)	(0,26)
<b>ANÁLISE DE VARIÂNCIA MODELO COMPLETO</b>									
Média das respostas	35,89	Coeficiente de determinação ( $R^2$ )				0,9360			
Desvio padrão	0,73	Coeficiente de variação (C.V. = %)				2,0210			
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	76,99593	9	8,5551033	16,26	3,02				
Resíduo	5,26127	10	0,5261270						
Falta Ajuste	4,21914	5	0,8438300	4,0	5,05				
Erro Puro	1,04213	5	0,2084300						
Total	82,25720	19							
% de Variância Explicada = 93,60									
% Máxima de Variância Explicável = 98,73									
<b>ANALISE DE VARIÂNCIA MODELO AJUSTADO</b>									
Média das respostas	35,89	Coeficiente de determinação ( $R^2$ )				0,9211			
Desvio padrão	0,64	Coeficiente de Variação (C.V. = %)				1,7745			
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	75,76725	3	25,2557500	62,26	3,24				
Resíduo	6,48995	16	0,4056220						
Falta Ajuste	5,44782	11	0,4952600	2,38	4,71				
Erro Puro	1,04213	5	0,2084300						
Total	82,25720	19							
% de Variância Explicada = 92,11									
% Máxima de Variância Explicável = 98,73									

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

- (1) = Modelo de regressão completo, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); **negrito** = significância a 5% de probabilidade;  $X_1$  = temperatura de extrusão ( $^{\circ}$ C);  $X_2$  = umidade da matéria prima (%);  $X_3$  = velocidade da rosca (rpm) ;  $R^2$  = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; GL = graus de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio; Fc = F calculado; Ft = F tabelar.

**ANEXO 2.** Modelo de regressão <sup>(1)</sup>, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados experimentais de Fibra Alimentar Solúvel (FAS)

$Y_2 = 34,78 + 1,69x_1 + 0,76x_2 + 0,31x_3 - 1,12x_1^2 + 0,10x_2^2 + 0,02x_3^2 + 0,23x_1x_2 - 1,23x_1x_3 - 0,50x_2x_3$									
(0,57)	(0,38)	(0,38)	(0,38)	(0,37)	(0,37)	(0,37)	(0,49)	(0,49)	(0,49)
<b>ANÁLISE DE VARIÂNCIA MODELO COMPLETO</b>									
Média das respostas	34,10				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,8075		
Desvio padrão	1,39				Coeficiente de variação (C.V. = %)		4,0815		
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM		Fc		Ft		
Regressão	81,2791	9	9,031011		4,66			3,02	
Resíduo	19,3730	10	1,937300						
Falta Ajuste	13,2181	5	2,643630		2,15			5,05	
Erro Puro	6,1549	5	1,230990						
Total	100,6521	19							
% de Variância Explicada = 80,75									
% Máxima de Variância Explicável = 93,88									
<b>ANALISE DE VARIÂNCIA MODELO AJUSTADO</b>									
Média das respostas	34,10				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,6913		
Desvio padrão	1,39				Coeficiente de Variação (C.V. = %)		4,0858		
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM		Fc		Ft		
Regressão	69,5895	3	23,196500		11,95			3,24	
Resíduo	31,0626	16	1,941425						
Falta Ajuste	24,9077	11	2,264340		1,84			4,71	
Erro Puro	6,1549	5	1,2309						
Total	100,6521	19							
% de Variância Explicada = 69,13									
% Máxima de Variância Explicável = 93,88									

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

(1) = Modelo de regressão completo, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); **negrito** = significância a 5% de probabilidade;  $X_1$  = temperatura de extrusão ( $^{\circ}\text{C}$ );  $X_2$  = umidade da matéria prima (%);  $X_3$  = velocidade da rosca (rpm);  $R^2$  = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; GL = graus de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio; Fc = F calculado; Ft = F tabelar.

**ANEXO 3.** Modelo de regressão <sup>(1)</sup>, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados experimentais de Fibra Alimentar Total (FAT)

$Y_3 = 70,56 - 0,56x_1 + 0,88x_2 + 0,19x_3 - 1,15x_1^2 + 0,14x_2^2 + 0,18x_3^2 + 0,45x_1x_2 - 0,54x_1x_3 + 0,11x_2x_3$									
(0,46)	(0,31)	(0,31)	(0,31)	(0,30)	(0,30)	(0,30)	(0,40)	(0,40)	(0,40)
<b>ANÁLISE DE VARIÂNCIA MODELO COMPLETO</b>									
Média das respostas	69,99				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )			0,7583	
Desvio padrão	1,14				Coeficiente de variação (C.V. = %)			1,6235	
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	40,50657	9	4,500730	3,49	3,02				
Resíduo	12,91155	10	1,291155						
Falta Ajuste	5,25055	5	1,050110	0,69	5,05				
Erro Puro	7,66100	5	1,532200						
Total	53,41812	19							
% de Variância Explicada = 75,83									
% Máxima de Variância Explicável = 85,66									
<b>ANALISE DE VARIÂNCIA MODELO AJUSTADO</b>									
Média das respostas	69,99				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )			0,5796	
Desvio padrão	1,15				Coeficiente de Variação (C.V.= %)			1,6420	
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	30,96349	2	15,481745	11,72	3,59				
Resíduo	22,45463	17	1,320861						
Falta Ajuste	14,79363	12	1,232800	0,8	4,68				
Erro Puro	7,66100	5	1,5322						
Total	53,41812	19							
% de Variância Explicada = 57,96									
% Máxima de Variância Explicável = 85,66									

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

- (1) = Modelo de regressão completo, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); **negrito** = significância a 5% de probabilidade;  $X_1$  = temperatura de extrusão ( $^{\circ}$ C);  $X_2$  = umidade da matéria prima (%);  $X_3$  = velocidade da rosca (rpm) ;  $R^2$  = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; GL = graus de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio; Fc = F calculado; Ft = F tabelar.

**ANEXO 4.** Modelo de regressão <sup>(1)</sup>, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados experimentais de Pectina Total (PT)

$Y_4 = 41,66 - 0,20x_1 - 0,34x_2 - \mathbf{1,46x_3} - 0,17x_1^2 - 1,73x_2^2 - 0,24x_3^2 + 0,83 x_1x_2 + 0,72x_1x_3 - 0,25x_2x_3$										
(0,70)	(0,46)	(0,46)	(0,46)	(0,45)	(0,45)	(0,45)	(0,60)	(0,60)	(0,60)	
<b>ANÁLISE DE VARIÂNCIA MODELO COMPLETO</b>										
Média das respostas	40,22				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )				0,7435	
Desvio padrão	1,71				Coeficiente de variação (C.V. = %)				4,2433	
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft					
Regressão	83,7440	9	9,30489	3,12	3,02					
Resíduo	29,8121	10	2,98121							
Falta Ajuste	16,9391	5	3,38782	1,39	5,05					
Erro Puro	12,1873	5	2,43746							
Total	113,5561	19								
% de Variância Explicada = 74,35										
% Máxima de Variância Explicável = 89,27										
<b>ANALISE DE VARIÂNCIA MODELO AJUSTADO</b>										
Média das respostas	40,22				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )				0,6283	
Desvio padrão	1,58				Coeficiente de Variação (C.V.= %)				3,9180	
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft					
Regressão	71,3425	2	35,67125	14,37	3,59					
Resíduo	42,2136	17	2,483152							
Falta Ajuste	30,0263	12	2,502192	1,03	4,68					
Erro Puro	12,1873	5	2,43746							
Total	113,5561	19								
% de Variância Explicada = 62,83										
% Máxima de Variância Explicável = 89,27										

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

(1) = Modelo de regressão completo, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); **negrito** = significância a 5% de probabilidade;  $X_1$  = temperatura de extrusão ( $^{\circ}$ C);  $X_2$  = umidade da matéria prima (%);  $X_3$  = velocidade da rosca (rpm) ;  $R^2$  = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; GL = graus de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio; Fc = F calculado; Ft = F tabelar.

**ANEXO 5.** Modelo de regressão <sup>(1)</sup>, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados experimentais de Pectina Solúvel (PS)

$Y_5 = 9,90 + 3,88x_1 - 0,90x_2 - 0,22x_3 - 0,35x_1^2 - 0,20x_2^2 + 0,22x_3^2 - 0,67x_1x_2 - 0,43x_1x_3 + 0,10x_2x_3$									
(0,77)	(0,51)	(0,51)	(0,51)	(0,50)	(0,50)	(0,50)	(0,67)	(0,67)	(0,67)
<b>ANÁLISE DE VARIÂNCIA MODELO COMPLETO</b>									
Média das respostas	9,67				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,8634		
Desvio padrão	1,89				Coeficiente de variação (C.V. = %)		19,5447		
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	226,0149	9	25,112767	7,03	3,02				
Resíduo	35,7460	10	3,574600						
Falta Ajuste	29,7990	5	5,959800	5,01	5,05				
Erro Puro	5,9470	5	1,189400						
Total	261,7609	19							
% de Variância Explicada = 86,34									
% Máxima de Variância Explicável = 97,73									
<b>ANALISE DE VARIÂNCIA MODELO AJUSTADO</b>									
Média das respostas	9,67				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,8282		
Desvio padrão	1,63				Coeficiente de Variação (C.V. = %)		16,8129		
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	216,7931	2	108,396550	40,98	3,59				
Resíduo	44,9678	17	2,645165						
Falta Ajuste	39,0208	12	3,251700	2,73	4,68				
Erro Puro	5,9470	5	1,189400						
Total	261,7609	19							
% de Variância Explicada = 82,82									
% Máxima de Variância Explicável = 97,73									

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

(1) = Modelo de regressão completo, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); **negrito** = significância a 5% de probabilidade;  $X_1$  = temperatura de extrusão ( $^{\circ}$ C);  $X_2$  = umidade da matéria prima (%);  $X_3$  = velocidade da rosca (rpm);  $R^2$  = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; GL = graus de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio; Fc = F calculado; Ft = F tabelar.

**ANEXO 6.** Modelo de regressão <sup>(1)</sup>, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados de Densidade Aparente (D. Ap.)

$Y_6 = 0,44 + 0,006x_1 + 0,004x_2 - 0,003x_3 + 0,000008x_1^2 + 0,013x_2^2 + 0,000008x_3^2 - 0,004x_1x_2 - 0,005x_1x_3 + 0,005x_2x_3$									
(0,004)	(0,002)	(0,002)	(0,002)	(0,002)	(0,002)	(0,002)	(0,003)	(0,003)	(0,003)
<b>ANÁLISE DE VARIÂNCIA MODELO COMPLETO</b>									
Média das respostas	0,4470				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,8212		
Desvio padrão	0,0088				Coeficiente de variação (C.V. = %)		1,9676		
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	0,003553	9	0,0003948	5,10	2,96				
Resíduo	0,000774	10	0,0000774						
Falta Ajuste	0,000627	5	0,0001250	4,26	5,05				
Erro Puro	0,000147	5	0,0000290						
Total	0,004327	19							
% de Variância Explicada = 82,12									
% Máxima de Variância Explicável = 96,60									
<b>ANALISE DE VARIÂNCIA MODELO AJUSTADO</b>									
Média das respostas	0,4470				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,6313		
Desvio padrão	0,0097				Coeficiente de Variação (C.V. = %)		2,1669		
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	0,002732	2	0,0013660	14,55	3,59				
Resíduo	0,001595	17	0,0000938						
Falta Ajuste	0,001448	12	0,0001210	4,10	4,68				
Erro Puro	0,000147	5	0,000029						
Total	0,004327	19							
% de Variância Explicada = 63,13									
% Máxima de Variância Explicável = 96,60									

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

(1) = Modelo de regressão completo, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); **negrito** = significância a 5% de probabilidade;  $X_1$  = temperatura de extrusão ( $^{\circ}$ C);  $X_2$  = umidade da matéria prima (%);  $X_3$  = velocidade da rosca (rpm);  $R^2$  = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; GL = graus de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio; Fc = F calculado; Ft = F tabelar.

**ANEXO 7.** Modelo de regressão <sup>(1)</sup>, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados de Índice de Absorção de Água (IAA)

$Y_7 = 12,38 + 0,38x_1 - 0,83x_2 - 0,049x_3 + 0,67x_1^2 - 0,08x_2^2 + 0,11x_3^2 + 0,25x_1x_2 + 0,08x_1x_3 - 0,17x_2x_3$									
(0,25)	(0,17)	(0,17)	(0,17)	(0,16)	(0,16)	(0,16)	(0,22)	(0,22)	(0,22)
<b>ANÁLISE DE VARIÂNCIA MODELO COMPLETO</b>									
Média das respostas	12,97				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,8337		
Desvio padrão	0,61				Coeficiente de variação (C.V. = %)		4,7064		
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	18,67037	9	2,074486	5,57					3,02
Resíduo	3,72501	10	0,372501						
Falta Ajuste	2,57917	5	0,515835	2,25					5,05
Erro Puro	1,14584	5	0,229097						
Total	22,39538	19							
% de Variância Explicada = 83,37									
% Máxima de Variância Explicável = 94,88									
<b>ANALISE DE VARIÂNCIA MODELO AJUSTADO</b>									
Média das respostas:	12,97				Coeficiente de determinação ( $R^2$ ):		0,7867		
Desvio padrão:	0,55				Coeficiente de Variação (C.V. = %):		4,2114		
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	17,61747	3	5,872490	19,67					3,24
Resíduo	4,77791	16	0,298619						
Falta Ajuste	3,63207	11	0,330188	1,44					4,71
Erro Puro	1,14584	5	0,229097						
Total	22,39538	19							
% de Variância Explicada = 78,67									
% Máxima de Variância Explicável = 94,88									

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

(1) = Modelo de regressão completo, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); **negrito** = significância a 5% de probabilidade;  $X_1$  = temperatura de extrusão ( $^{\circ}$ C);  $X_2$  = umidade da matéria prima (%);  $X_3$  = velocidade da rosca (rpm);  $R^2$  = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; GL = graus de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio; Fc = F calculado; Ft = F tabelar.

**ANEXO 8.** Modelo de regressão <sup>(1)</sup>, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados de Índice de Solubilidade em Água (ISA)

$Y_8 = 20,05 + 5,00x_1 - 0,48x_2 + 0,04x_3 + 0,03x_1^2 - 0,18x_2^2 - 0,20x_3^2 - 0,98x_1x_2 + 0,04x_1x_3 - 0,08x_2x_3$															
(0,50)	(0,33)	(0,33)	(0,33)	(0,33)	(0,33)	(0,33)	(0,43)	(0,43)	(0,43)						
<b>ANÁLISE DE VARIÂNCIA MODELO COMPLETO</b>															
Média das respostas	19,82					Coefficiente de determinação ( $R^2$ )	0,9584								
Desvio padrão	1,24					Coefficiente de variação (C.V. = %)	6,2400								
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft										
Regressão	352,9705	9	39,218944	25,63	3,02										
Resíduo	15,3020	10	1,530200												
Falta Ajuste	10,4565	5	2,091300	2,16	5,05										
Erro Puro	4,8455	5	0,969100												
Total	368,2725	19													
% de Variância Explicada = 95,84															
% Máxima de Variância Explicável = 98,68															
<b>ANALISE DE VARIÂNCIA MODELO AJUSTADO</b>															
Média das respostas	19,82					Coefficiente de determinação ( $R^2$ )	0,9470								
Desvio padrão	1,07					Coefficiente de Variação (C.V.= %)	5,4029								
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft										
Regressão	348,7705	2	174,385250	152,00	3,59										
Resíduo	19,5020	17	1,147176												
Falta Ajuste	14,6565	12	1,221400	1,26	4,68										
Erro Puro	4,8455	5	0,969100												
Total	368,2725	19													
% de Variância Explicada = 94,70															
% Máxima de Variância Explicável = 98,68															

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

(1) = Modelo de regressão completo, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); **negrito** = significância a 5% de probabilidade;  $X_1$  = temperatura de extrusão ( $^{\circ}\text{C}$ );  $X_2$  = umidade da matéria prima (%);  $X_3$  = velocidade da rosca (rpm) ;  $R^2$  = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; GL = graus de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio; Fc = F calculado; Ft = F tabelar.

**ANEXO 9.** Modelo de regressão <sup>(1)</sup>, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados de **Volume de Intumescimento (VI)**

$Y_9 = 19,59 - 0,37x_1 - 1,68x_2 + 0,26x_3 + 0,66x_1^2 + 0,04x_2^2 - 0,13x_3^2 + 0,13x_1x_2 + 0,00x_1x_3 - 0,25x_2x_3$									
(0,30)	(0,20)	(0,20)	(0,20)	(0,19)	(0,19)	(0,19)	(0,26)	(0,26)	(0,26)
<b>ANÁLISE DE VARIÂNCIA MODELO COMPLETO</b>									
Média das respostas	19,98				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,8995		
Desvio padrão	0,74				Coeficiente de variação (C.V. = %)		3,6953		
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	48,78908	9	5,4210089	9,95	3,02				
Resíduo	5,44842	10	0,5448420						
Falta Ajuste	3,74009	5	0,7480200	2,19	5,05				
Erro Puro	1,70833	5	0,3416700						
Total	54,23750	19							
% de Variância Explicada = 89,95									
% Máxima de Variância Explicável = 96,85									
<b>ANALISE DE VARIÂNCIA MODELO AJUSTADO</b>									
Média das respostas	19,98				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,8313		
Desvio padrão	0,74				Coeficiente de Variação (C.V. = %)		3,6730		
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	45,08641	2	22,543205	41,89	3,59				
Resíduo	9,15109	17	0,538299						
Falta Ajuste	7,44276	12	0,620230	1,82	4,68				
Erro Puro	1,70833	5	0,341670						
Total	54,23750	19							
% de Variância Explicada = 83,13									
% Máxima de Variância Explicável = 96,85									

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

(1) = Modelo de regressão completo, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); **negrito** = significância a 5% de probabilidade;  $X_1$  = temperatura de extrusão ( $^{\circ}$ C);  $X_2$  = umidade da matéria prima (%);  $X_3$  = velocidade da rosca (rpm);  $R^2$  = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; GL = graus de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio; Fc = F calculado; Ft = F tabelar.

**ANEXO 10.** Modelo de regressão <sup>(1)</sup>, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados de Índice de Absorção de Óleo (IAO)

$$Y_{10} = 2,88 - \mathbf{0,05x_1} + 0,0013x_2 + 0,02x_3 + 0,002x_1^2 + 0,014x_2^2 + \mathbf{0,04x_3^2} + 0,04x_1x_2 - 0,006x_1x_3 - \mathbf{0,096x_2x_3}$$

(0,02) (0,01) (0,01) (0,01) (0,01) (0,01) (0,01) (0,02) (0,02) (0,02)

**ANÁLISE DE VARIÂNCIA MODELO COMPLETO**

Média das respostas	2,93		Coeficiente de determinação ( $R^2$ )	0,8508
Desvio padrão	0,05		Coeficiente de variação (C.V. = %)	1,7454
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc
Regressão	0,148624	9	0,0165138	6,33
Resíduo	0,026071	10	0,0026710	
Falta Ajuste	0,012938	5	0,0025876	0,09
Erro Puro	0,013133	5	0,0262660	
Total	0,174695	19		

% de Variância Explicada = 85,07

% Máxima de Variância Explicável = 92,48

**ANALISE DE VARIÂNCIA MODELO AJUSTADO**

Média das respostas	2,93		Coeficiente de determinação ( $R^2$ )	0,7468
Desvio padrão	0,05		Coeficiente de Variação (C.V.= %)	1,7972
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Ft
Regressão	0,130466	3	0,0434887	15,73
Resíduo	0,044229	16	0,0027643	
Falta Ajuste	0,031096	11	0,0028269	0,86
Erro Puro	0,013133	5	0,0262660	
Total	0,174695	19		

% de Variância Explicada = 74,68

% Máxima de Variância Explicável = 92,48

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

(1) = Modelo de regressão completo, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); negrito = significância a 5% de probabilidade;  $X_1$  = temperatura de extrusão ( $^{\circ}\text{C}$ );  $X_2$  = umidade da matéria prima (%);  $X_3$  = velocidade da rosca (rpm);  $R^2$  = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; GL = graus de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio; Fc = F calculado; Ft = F tabelar.

**ANEXO 11.** Modelo de regressão <sup>(1)</sup>, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados de **Viscosidade Aparente (V. Ap.)**

$Y_{11} = 5,00 + 0,40x_1 - 0,29x_2 - 0,13x_3 - 0,56x_1^2 - 0,05x_2^2 - 0,14x_3^2 - 0,02x_1x_2 + 0,03x_1x_3 - 0,05x_2x_3$									
(0,17)	(0,11)	(0,11)	(0,11)	(0,11)	(0,11)	(0,11)	(0,14)	(0,14)	(0,14)
<b>ANÁLISE DE VARIÂNCIA MODELO COMPLETO</b>									
Média das respostas	4,49				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )			0,8274	
Desvio padrão	0,41				Coeficiente de variação (C.V. = %)			9,0909	
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	7,970281	9	0,8855868	5,33	2,32				
Resíduo	1,662419	10	0,1624190						
Falta Ajuste	1,148669	5	0,2297340	2,24	5,05				
Erro Puro	0,513750	5	0,1027500						
Total	9,632700	19							
% de Variância Explicada = 82,74									
% Máxima de Variância Explicável = 94,67									
<b>ANALISE DE VARIÂNCIA MODELO AJUSTADO</b>									
Média das respostas	4,49				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )			0,7932	
Desvio padrão	0,35				Coeficiente de Variação (C.V. = %)			7,8668	
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	7,640925	3	0,546975	20,46	3,24				
Resíduo	1,991775	16	0,124486						
Falta Ajuste	1,478025	11	0,134366	1,31	4,71				
Erro Puro	0,513750	5	0,102750						
Total	9,632700	19							
% de Variância Explicada = 79,32									
% Máxima de Variância Explicável = 94,67									

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

(1) = Modelo de regressão completo, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); **negrito** = significância a 5% de probabilidade;  $X_1$  = temperatura de extrusão ( $^{\circ}$ C);  $X_2$  = umidade da matéria prima (%);  $X_3$  = velocidade da rosca (rpm);  $R^2$  = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; GL = graus de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio; Fc = F calculado; Ft = F tabelar.

**ANEXO 12.** Modelo de regressão <sup>(1)</sup>, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados experimentais de Cor, Luminosidade ( $L^*$ )

$Y_{12} = 69,54 - 2,59x_1 + 0,46x_2 + 0,015x_3 - 0,31x_1^2 + 0,27x_2^2 + 0,45x_3^2 + \mathbf{0,92x_1x_2} - 0,019x_1x_3 - 0,32x_2x_3$									
(0,42)	(0,28)	(0,28)	(0,28)	(0,27)	(0,27)	(0,27)	(0,37)	(0,37)	(0,37)
<b>ANÁLISE DE VARIÂNCIA MODELO COMPLETO</b>									
Média das respostas	69,82				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,9084		
Desvio padrão	1,04				Coeficiente de variação (C.V. = %)		1,4930		
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	107,7938	9	11,977089	11,02	3,02				
Resíduo	10,8668	10	1,086680						
Falta Ajuste	7,2759	5	1,451700	2,00	5,05				
Erro Puro	3,5909	5	0,718180						
Total	118,6606	19							
% de Variância Explicada = 90,84									
% Máxima de Variância Explicável = 96,97									
<b>ANALISE DE VARIÂNCIA MODELO AJUSTADO</b>									
Média das respostas	69,82				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,8283		
Desvio padrão	1,09				Coeficiente de Variação (C.V.= %)		1,5679		
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	98,2840	2	49,142000	40,99	3,59				
Resíduo	20,3767	17	1,198624						
Falta Ajuste	16,7857	12	1,398810	1,95	4,68				
Erro Puro	3,5909	5	0,718180						
Total	118,6606	19							
% de Variância Explicada = 82,83									
% Máxima de Variância Explicável = 96,67									

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

(1) = Modelo de regressão completo, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); **negrito** = significância a 5% de probabilidade;  $X_1$  = temperatura de extrusão ( $^{\circ}\text{C}$ );  $X_2$  = umidade da matéria prima (%);  $X_3$  = velocidade da rosca (rpm) ;  $R^2$  = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; GL = graus de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio; Fc = F calculado; Ft = F tabelar.

**ANEXO 13.** Modelo de regressão <sup>(1)</sup>, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados experimentais de Cor, Componente (a\*)

$Y_{13} = 4,987 + 1,337x_1 - 0,588x_2 + 0,068x_3 + \mathbf{0,26x}_1^2 + 0,008x_2^2 - 0,118x_3^2 - \mathbf{0,275x}_1x_2 - 0,04x_1x_3 + 0,075x_2x_3$									
(0,13) (0,09) (0,09) (0,09) (0,09) (0,09) (0,09) (0,012) (0,012) (0,012)									
<b>ANÁLISE DE VARIÂNCIA MODELO COMPLETO</b>									
Média das respostas	5,09		Coeficiente de determinação ( $R^2$ )					0,9662	
Desvio padrão	0,33		Coeficiente de variação (C.V. = %)					6,4915	
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	31,1617	9	3,462352	31,72		3,02			
Resíduo	1,09153	10	0,109153						
Falta Ajuste	1,01865	5	0,203731	13,98		5,05			
Erro Puro	0,07288	5	0,014580						
Total	32,25270	19							
% de Variância Explicada = 96,62									
% Máxima de Variância Explicável = 99,77									
<b>ANOVA MODIFICADA</b>									
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Linear	29,220186	3	9,740062	47,81*		5,41			
Quadrática	1,278173	3	0,426058	2,09		5,41			
Interações	0,662800	3	0,220933	1,08		5,41			
Total	31,161158	9	3,462350	16,99*		4,77			
Falta Ajuste	1,018653	5	0,203731						
<b>ANALISE DE VARIÂNCIA MODELO AJUSTADO</b>									
Média das respostas	5,09		Coeficiente de determinação ( $R^2$ )					0,9560	
Desvio padrão	0,31		Coeficiente de Variação (C.V. = %)					6,0437	
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	30,833447	4	7,7083362	81,47		3,06			
Resíduo	1,419247	15	0,0946149						
Falta Ajuste	1,346367	10	0,1346367	9,24		4,74			
Erro Puro	0,072880	5	0,0145760						
Total	32,252695	19							
% de Variância Explicada = 95,60									
% Máxima de Variância Explicável = 99,77									

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

(1) = Modelo de regressão completo, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); **negrito** = significância a 5% de probabilidade;  $X_1$  = temperatura de extrusão (°C);  $X_2$  = umidade da matéria prima (%);  $X_3$  = velocidade da rosca (rpm);  $R^2$  = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; GL = graus de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio; Fc = F calculado; Ft = F tabelar

**ANEXO 14.** Modelo de regressão <sup>(1)</sup>, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados experimentais de Cor, Componente (b\*)

$Y_{14} = 30,869 + 1,511x_1 - 0,757x_2 + 0,215x_3 + 0,096x_1^2 + 0,013x_2^2 - 0,009x_3^2 + 0,005x_1x_2 - 0,177x_1x_3 + 0,103x_2x_3$									
(0,30) (0,20) (0,20) (0,20) (0,20) (0,20) (0,26) (0,26) (0,26)									
<b>ANÁLISE DE VARIÂNCIA MODELO COMPLETO</b>									
Média das respostas	30,88				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,8789		
Desvio padrão	0,74				Coeficiente de variação (C.V. = %)		2,4112		
<b>VARIAÇÃO</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>		<b>Fc</b>		<b>Ft</b>		
Regressão	40,26014	9	4,4733489		8,07		3,02		
Resíduo	5,545320	10	0,5545320						
Falta Ajuste	5,06757	5	1,0135100		10,61		5,05		
Erro Puro	0,47775	5	0,0955500						
Total	45,80546	19							
% de Variância Explicada = 87,89									
% Máxima de Variância Explicável = 98,96									
<b>ANOVA MODIFICADA</b>									
<b>VARIAÇÃO</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>MQ</b>		<b>Fc</b>		<b>Ft</b>		
Linear	39,650913	3	13,216971		13,04*		5,41		
Quadrática	0,272919	3	0,090973		0,09		5,41		
Interação	0,336300	3	0,112100		0,11		5,41		
Total	40,260132	9	4,473348		4,41		4,77		
Falta Ajuste	5,067573	5	1,013515						
<b>ANALISE DE VARIÂNCIA MODELO AJUSTADO</b>									
Média das respostas	30,89			Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,8518			
Desvio padrão	0,63			Coeficiente de Variação (C.V. = %)		2,0462			
<b>VARIAÇÃO</b>	<b>SQ</b>	<b>GL</b>	<b>QM</b>		<b>Fc</b>		<b>Ft</b>		
Regressão	39,01670	2	19,50835		48,85		3,24		
Resíduo	6,78876	17	0,39934						
Falta Ajuste	6,31101	12	0,52592		5,50		4,71		
Erro Puro		5							
Total		19							
% de Variância Explicada = 85,18									
% Máxima de Variância Explicável = 98,96									

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

(1) = Modelo de regressão completo, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); **negrito** = significância a 5% de probabilidade;  $X_1$  = temperatura de extrusão (°C);  $X_2$  = umidade da matéria prima (%);  $X_3$  = velocidade da rosca (rpm);  $R^2$  = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; GL = graus de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio; Fc = F calculado; Ft = F tabelar.

**ANEXO 15.** Modelo de regressão <sup>(1)</sup>, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados experimentais de Diferencia de Cor ( $\Delta E^*$ )

$Y_{15} = 7,82 + 3,176x_1 - 0,82x_2 + 0,067x_3 + 0,43x_1^2 - 0,195x_2^2 - 0,451x_3^2 - 0,996x_1x_2 + 0,019x_1x_3 + 0,229x_2x_3$									
(0,36)	(0,24)	(0,24)	(0,24)	(0,23)	(0,23)	(0,23)	(0,31)	(0,31)	(0,31)
<b>ANÁLISE DE VARIÂNCIA MODELO COMPLETO</b>									
Média das respostas	7,68				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,9534		
Desvio padrão	0,89				Coeficiente de variação (C.V. = %)		11,5983		
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	162,1165	9	18,012944	22,73	3,02				
Resíduo	7,9240	10	0,792400						
Falta Ajuste	5,5941	5	1,118800	2,40	5,05				
Erro Puro	2,3299	5	0,465980						
Total	170,0405	19							
% de Variância Explicada = 95,34									
% Máxima de Variância Explicável = 98,63									
<b>ANALISE DE VARIÂNCIA MODELO AJUSTADO</b>									
Média das respostas	7,68				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,9107		
Desvio padrão	0,97				Coeficiente de Variação (C.V.= %)		12,6908		
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	154,8611	3	51,62037	54,42	3,24				
Resíduo	15,1794	16	0,94871						
Falta Ajuste	12,8495	11	1,16810	2,51	4,71				
Erro Puro	2,3299	5	0,46600						
Total	170,0405	19							
% de Variância Explicada = 91,07									
% Máxima de Variância Explicável = 98,63									

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

(1) = Modelo de regressão completo, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); **negrito** = significância a 5% de probabilidade;  $X_1$  = temperatura de extrusão ( $^{\circ}\text{C}$ );  $X_2$  = umidade da matéria prima (%);  $X_3$  = velocidade da rosca (rpm) ;  $R^2$  = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; GL = graus de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio; Fc = F calculado; Ft = F tabelar

**ANEXO 16.** Modelo de regressão <sup>(1)</sup>, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados da **Resposta Global Otimizada (RGO)**

$Y_{16} = 6,53 + 0,41x_1 - 0,11x_2 - 0,005x_3 - 0,102x_1^2 - 0,046x_2^2 - 0,025x_3^2 - 0,061x_1x_2 - 0,046x_1x_3 - 0,004x_2x_3$									
(0,069)	(0,05)	(0,05)	(0,05)	(0,04)	(0,04)	(0,04)	(0,06)	(0,06)	(0,06)
<b>ANÁLISE DE VARIÂNCIA MODELO COMPLETO</b>									
Média das respostas	6,41				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,9045		
Desvio padrão	0,17				Coeficiente de variação (C.V. = %)		2,6285		
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	2,692540	9	0,299170	10,52					3,02
Resíduo	0,284355	10	0,028435						
Falta Ajuste	0,224272	5	0,044854	3,73					5,05
Erro Puro	0,060083	5	0,012016						
Total	2,976895	19							
% de Variância Explicada = 90,45									
% Máxima de Variância Explicável = 97,98									
<b>ANALISE DE VARIÂNCIA MODELO AJUSTADO</b>									
Média das respostas	6,41				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,8760		
Desvio padrão	0,15				Coeficiente de Variação (C.V.= %)		2,3679		
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	2,607631	3	0,8692000	37,66					3,24
Resíduo	0,369264	16	0,0230790						
Falta Ajuste	0,309181	11	0,0281073	2,34					4,71
Erro Puro	0,060083	5	0,0120166						
Total	2,976895	19							
% de Variância Explicada = 87,60									
% Máxima de Variância Explicável = 97,98									

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

(1) = Modelo de regressão completo, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); **negrito** = significância a 5% de probabilidade;  $X_1$  = temperatura de extrusão ( $^{\circ}\text{C}$ );  $X_2$  = umidade da matéria prima (%);  $X_3$  = velocidade da rosca (rpm) ;  $R^2$  = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; GL = graus de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio; Fc = F calculado; Ft = F tabelar.

**ANEXO 17.** Modelo de regressão <sup>(1)</sup>, análise de variância para os modelos completo e ajustado correspondentes aos resultados da **Resposta Otimizada para Elaboração de Biscoitos (ROB)**

$Y_{17} = 0,524 + 0,180x_1 - 0,004x_2 + 0,003x_3 - \mathbf{0,055x_1^2} + 0,006x_2^2 + 0,0034x_3^2 - 0,02x_1x_2 - 0,02x_1x_3 - 0,009x_2x_3$									
(0,03)	(0,02)	(0,02)	(0,02)	(0,02)	(0,02)	(0,02)	(0,03)	(0,03)	(0,03)
<b>ANÁLISE DE VARIÂNCIA MODELO COMPLETO</b>									
Média das respostas	0,493				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,8780		
Desvio padrão	0,083				Coeficiente de variação (C.V. = %)		16,9046		
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	0,499039	9	0,055449	7,99					3,02
Resíduo	0,069371	10	0,006937						
Falta Ajuste	0,057014	5	0,011403	4,61					5,05
Erro Puro	0,012357	5	0,002471						
Total	0,568410	19							
% de Variância Explicada = 87,80									
% Máxima de Variância Explicável = 97,83									
<b>ANALISE DE VARIÂNCIA MODELO AJUSTADO</b>									
Média das respostas	0,4927				Coeficiente de determinação ( $R^2$ )		0,8644		
Desvio padrão	0,0673				Coeficiente de Variação (C.V. = %)		13,6659		
VARIAÇÃO	SQ	GL	QM	Fc	Ft				
Regressão	0,491338	2	0,2456692	54,19					3,59
Resíduo	0,077072	17	0,0045336						
Falta Ajuste	0,064715	12	0,0053929	2,18					4,68
Erro Puro	0,012357	5	0,0024714						
Total	0,568410	19							
% de Variância Explicada = 86,44									
% Máxima de Variância Explicável = 97,83									

**OBSERVAÇÕES GERAIS:**

(1) = Modelo de regressão completo, com variáveis e valores codificados (erros padrões embaixo entre parênteses); **negrito** = significância a 5% de probabilidade;  $X_1$  = temperatura de extrusão ( $^{\circ}\text{C}$ );  $X_2$  = umidade da matéria prima (%);  $X_3$  = velocidade da rosca (rpm);  $R^2$  = coeficiente de determinação; C.V. = coeficiente de variação; GL = graus de liberdade; SQ = soma dos quadrados; QM = quadrado médio; Fc = F calculado; Ft = F tabelar

**ANEXO 18.** Ficha de Avaliação Sensorial ( Teste de Aceitação )

Nome..... Data .....

Você está recebendo varias amostras codificadas de biscoitos tipo “cookies”, elaborados com adição de polpa de laranja modificada por extrusão.

1. Por favor, observe as amostras e avalie o quanto você gostou ou desgostou da **APARÊNCIA** das mesmas utilizando a escala abaixo.

9. Gostei muitíssimo
8. Gostei muito
7. Gostei moderadamente
6. Gostei levemente
5. Nem gostei / nem desgostei
4. Desgostei levemente
3. Desgostei moderadamente
2. Desgostei muito
1. Desgostei muitíssimo

Número de amostra: ....827..... ....535..... ....609..... ....712.....

Valor: ..... ..... ..... ..... .....

2. Prove as amostras e avalie de **MODO GERAL** o quanto você gostou ou desgostou de cada uma delas utilizando a escala acima.

Número de amostra ....827..... ....535..... ....609..... ....712.....

Valor ..... ..... ..... ..... .....

3. Agora prove novamente as amostras e avalie individualmente o **SABOR** e **TEXTURA**, indicando o quanto você gostou ou desgostou utilizando a escala acima.

**SABOR**

Número de amostra ....827..... ....535..... ....609..... ....712.....

Valor ..... ..... ..... ..... .....

**TEXTURA**

Número de amostra ....827..... ....535..... ....609..... ....712.....

Valor ..... ..... ..... ..... .....

4. Descreva o que você mais gostou e o que você menos gostou em cada uma das amostras

AMOSTRA	MAIS GOSTEI	MENOS GOSTEI
827	.....	.....
535	.....	.....
609	.....	.....
712	.....	.....

**ANEXO 19.** Efeito da polpa de laranja na velocidade de hidrólise do amido logo após os primeiros 10 minutos

TEMPO (min)	AMIDO (%)	AFNE (%)	AFE (%)
10	51,17	43,41	42,68
15	58,85	50,83	50,36
20	64,33	56,92	53,73
30	68,98	60,36	57,05
45	73,14	64,51	60,71
60	75,36	66,63	63,55
90	78,78	70,57	63,81
120	82,76	71,23	67,06
150	90,68	77,82	69,40

AFNE = amido + fibra da polpa de laranja não extrusada; AFE = amido + fibra da polpa de laranja extrusada

**ANEXO 20.** Análise de variância correspondente à hidrólise do amido em presença de fibra de polpa de laranja logo após os primeiros 10 minutos

CV	SQ	GL	QM	Fc	P < 0,05
Tratamento	786,077	2	393,0383	3,466146	0,047598
Resíduo	2721,443	24	113,3935		
Total	3507,520	26			

CV = causas de variação; SQ = soma quadrática; GL = graus de liberdade; QM = média quadrática; Fc = F calculado; P = probabilidade.

**ANEXO 21.** Teste de médias de Tukey, mostra o nível de significância na velocidade de hidrólise do amido em presença de fibra de polpa de laranja logo após os primeiros 10 minutos

TRATAMENTOS	AMIDO	AFNE	AFE
MÉDIAS	71,56111	62,47556	58,70555
AMIDO		0,187861	0,043789*
AFNE	0,187861		0,736003
AFE	0,043789*	0,736003	

AFNE = amido + fibra da polpa de laranja não extrusada; AFE = amido + fibra da polpa de laranja extrusada; (\*) = significativo a nível de 95% de confiança.