



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
Campus de São José do Rio Preto

MICHELE ELIZA CORTAZZO MENIS

**Efeito da extrusão termoplástica na retenção de aroma e na estrutura de
extrusados de grits de milho aromatizado**

São José do Rio Preto/SP
2013

MICHELE ELIZA CORTAZZO MENIS

**Efeito da extrusão termoplástica na retenção de aroma e na estrutura de
extrusados de grits de milho aromatizado**

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos, junto ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos, Área de Concentração – Ciência e Tecnologia de Alimentos, do Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Campus de São José do Rio Preto.

Orientadora: Profa. Dra. Ana Carolina Conti e Silva

**São José do Rio Preto/SP
2013**

Menis, Michele Eliza Cortazzo.

Efeito da extrusão na retenção de aroma e na estrutura de extrusados de grits de milho aromatizado/ Michele Eliza CortazzoMenis. - São José do Rio Preto: [s.n.], 2013.

73f. : il. ; 30 cm.

Orientador: Ana Carolina Conti e Silva

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista, Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas

1. Extrusão termoplástica. 2. Grits de milho. 3. Metodologia de superfície de resposta. 4. Análise sensorial. 5. Compostos voláteis. 6. Aroma. I. Silva, Ana Carolina Conti e.II. Universidade Estadual Paulista, Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas. III. Título.

CDU – 664.784

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca do IBILCE
Campus de São José do Rio Preto - UNESP

MICHELE ELIZA CORTAZZO MENIS

**Efeito da extrusão termoplástica na retenção de aroma e na estrutura de
extrusados de grits de milho aromatizado**

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos, junto ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos, Área de Concentração – Ciência e Tecnologia de Alimentos, do Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Campus de São José do Rio Preto.

Banca Examinadora

Profa. Dra. Ana Carolina Conti e Silva
UNESP – São José do Rio Preto
Orientador

Prof. Dr. José Alfredo Gomes Arêas
USP – São Paulo

Profa. Dra. Natalia Soares Janzantti
UNESP – São José do Rio Preto

São José do Rio Preto, 26 de fevereiro de 2013.

Dedicatória

*A Deus,
à minha família,
ao meu namorado João Paulo,
e aos meus amigos Dalva e João Carlos.*

Agradecimentos

Agradeço primeiramente a Deus, que me deu a graça de chegar até aqui. Ele que esteve sempre ao meu lado, me dando força nos momentos mais difíceis, sendo meu melhor amigo e colocando no meu coração a certeza da vitória.

Aos meus pais Sandra e Jair, por todo amor, apoio e dedicação, mesmo diante das dificuldades, para que eu pudesse alcançar meus objetivos.

Ao meu namorado João Paulo, que viveu comigo cada momento do meu mestrado, me dando seu amor, carinho e amizade, sempre me ajudando de todas as formas possíveis e me lembrando que tudo ia dar certo.

À minha amiga Talita, que foi companheira de muitos momentos de aprendizado. Uma amiga que ficará para sempre e que com certeza foi enviada por Deus para estar ao lado nesta etapa tão importante da minha vida.

Aos meus amigos Dalva e João Carlos que sempre apoiaram os meus estudos e rezaram por mim.

À minha orientadora Ana Carolina, que foi uma grande amiga, compartilhando comigo seus conhecimentos, sempre com muito carinho, respeito e dedicação.

Ao Grupo de Oração Universitário (GOU), que foi meu refúgio em muitos momentos, fazendo-me sentir mais perto de Deus.

Aos amigos do Laboratório de Análise Sensorial pelo carinho e amizade.

Ao técnico Ginaldo por toda boa vontade em nos ajudar.

À CNPq pelo apoio financeiro.

À aluna de mestrado Amanda e ao professor Maurício por toda ajuda e colaboração com meu projeto de pesquisa.

*“Não somos perfeitos.
Decepções, frustrações e perdas sempre acontecerão.
Mas Deus é o artesão do espírito e da alma humana.
Não tenha medo. Depois da mais longa
noite surgirá o mais belo amanhecer.
Espere-o”.*

Augusto Cury

RESUMO

O aroma é a característica sensorial do alimento mais afetada em processamentos que utilizam altas temperaturas, como é o caso da extrusão termoplástica, na qual grande parte dos compostos voláteis é perdida juntamente com o vapor durante a expansão do material. Várias são as condições de extrusão que afetam a retenção e a perda de compostos voláteis, podendo essas condições serem investigadas por meio da Metodologia de Superfície de Resposta, pois esta permite o estudo do efeito de variáveis independentes sobre as variáveis dependentes (respostas). Este estudo tem o objetivo de investigar o efeito das condições de extrusão na retenção de aroma e na estrutura de extrusados de grits de milho aromatizado. O grits de milho foi aromatizado com ácido butírico, isovaleraldeído e butirato de etila e foi extrusado em uma extrusora de rosca única, utilizando um delineamento composto central rotacional no qual as variáveis independentes foram umidade do grits de milho (base seca), temperatura de extrusão e velocidade de rotação da rosca. As variáveis respostas do delineamento foram: tempo de residência de extrusão, razão de expansão, densidade, fraturabilidade, retenção de cada composto volátil, retenção total dos compostos, intensidade do aroma, aceitação do aroma por escala hedônica e aceitação da intensidade do aroma pela escala do ideal. O aumento da temperatura de extrusão de 150 até 184 °C aumentou a razão de expansão dos extrusados e diminuiu a densidade e a fraturabilidade dos mesmos. O aumento da umidade da matéria-prima de 10% até 20% aumentou a retenção do butirato de etila, mas não afetou significativamente a retenção do isovaleraldeído, do ácido butírico e a retenção total dos compostos. A aceitação do aroma por escala hedônica foi influenciada pela umidade da matéria-prima e pela interação da temperatura de extrusão com a velocidade de rotação da rosca, enquanto que a aceitação da intensidade do aroma pela escala do ideal sofreu influência da umidade da matéria-prima e da temperatura de extrusão. Os extrusados mais aceitos foram aqueles processados com menores umidades ou em condições de temperatura de extrusão e velocidade da rosca elevadas, ou ainda em baixa temperatura e baixa velocidade da rosca. Intensidades do aroma mais próximas do ideal foram observadas em condições de temperatura de extrusão e umidade da matéria-prima baixas. Além disso, o extrusado obtido nas condições de 10% de umidade, 167 °C de temperatura e 170 rpm de velocidade de rotação da rosca (ensaio 9) apresentou maior frequência para a categoria “intensidade ideal de aroma” (41%), sendo, portanto, o extrusado com intensidade de aroma mais próxima do ideal. Não houve efeito das condições de extrusão na intensidade de aroma avaliada sensorialmente. Conclui-se, portanto, que dentre as condições de extrusão estudadas, a utilização de

temperaturas de extrusão mais elevadas e menores teores de umidade da matéria-prima, proporciona a obtenção de extrusados de grits de milho aromatizado com parâmetros estruturais adequados e boa aceitação sensorial.

Palavras-chave: extrusão termoplástica, grits de milho, metodologia de superfície de resposta, análise sensorial, compostos voláteis, aroma.

ABSTRACT

The flavor is the most affected sensory characteristic of the food during processes using high temperatures, as the thermoplastic extrusion, in which many of the volatile components are lost along with the steam during expansion of the material. There are several extrusion conditions that affect retention and loss of volatile compounds, these conditions can be investigated by Response Surface Methodology, because it allows the study of the effect of independent variables on the dependent variables (responses). This study aims to investigate the effect of extrusion conditions on the retention of the flavor and structure of extrudates flavored corn grits. The corn grits were flavored with butyric acid, ethyl butyrate and isovaleraldehyde and was extruded in a single screw extruder, using a central composite rotational design in which the independent variables were moisture corn grits (dry basis), extrusion temperature and screw speed. The responses variables of the design were: residence time of extrusion, expansion ratio, density, brittleness, retention of each volatile compound, total retention of the compounds, intensity of flavor, flavor acceptance by hedonic scale for and flavor acceptance by just-about-right (JAR) scale. The increase in extrusion temperature from 150 to 184 °C increased the expansion ratio of extrudated and decreased the density and brittleness of both. Increasing the moisture of the raw material from 10% to 20% increased retention of ethyl butyrate, but did not significantly affect the retention of isovaleraldehyde and total retention of the compounds. The flavor acceptance by hedonic scale was influenced by the moisture of the raw materials and the interaction of extrusion temperature on the screw speed, while flavor acceptance by JAR scale was influenced by the moisture of the raw material and the extrusion temperature. The most accepted extrudated were the ones processed at lower moisture or in conditions of high extrusion temperature and high screw speed, or also in low temperature and low screw speed. Intensity of flavor closer to ideal conditions was observed at low extrusion temperature and low moisture of the raw material. Moreover, the extrusion obtained in conditions of 10% moisture, temperature of 167 °C and 170 rpm of screw speed (test 9) showed a higher frequency for the "ideal flavor intensity" (41%), and therefore the extruded one with flavor intensity closer to the ideal. No effects of extrusion conditions on the flavor intensity sensorially evaluated. It is concluded, therefore, that among the extrusion conditions studied, the use of extrusion temperatures higher and lower moisture of the raw material, provides obtaining extrudates corn grits flavored with structural parameters suitable and good sensory acceptability.

Keywords: *thermoplastic extrusion, corn grits, response surface methodology, sensory analysis, volatile compounds, flavor.*

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
2	OBJETIVOS	18
2.1	Objetivo geral	18
2.2	Objetivos específicos.....	18
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
3.1	Grits de milho	19
3.2	Extrusão termoplástica	19
3.3	Aroma e aromatização de produtos extrusados	21
3.4	Metodologia de Superfície de Resposta	25
4	MATERIAL E METODOLOGIA.....	28
4.1	Material	28
4.2	Metodologia.....	28
4.2.1	Caracterização da matéria-prima	28
4.2.2	Ajuste da umidade do grits de milho	29
4.2.3	Aromatização pré-extrusão	30
4.2.4	Extrusão do grits de milho	30
4.2.5	Metodologia de Superfície de Resposta (MSR)	31
4.2.6	Avaliação da estrutura dos extrusados.....	33
4.2.7	Análise da retenção dos compostos voláteis dos extrusados por cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massa	34
4.2.8	Análise sensorial dos extrusados	36
4.2.9	Análise de correlação.....	38
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	39
5.1	Caracterização da matéria-prima.....	39
5.1.1	Composição centesimal	39
5.1.2	Distribuição granulométrica	39
5.2	Tempo de residência.....	40
5.3	Estrutura dos extrusados.....	41
5.4	Retenção dos compostos voláteis	49
5.5	Intensidade e aceitação do aroma	53
6	CONCLUSÃO	65
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	66

ANEXO 1 - PARECER DO COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA.....	71
ANEXO 2 - TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO.....	72
APÊNDICE 1 - INFORMAÇÕES DO <i>SITE</i> DA ABIMILHO.....	73

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Extrusora AX Plásticos	30
Figura 2: Ficha da avaliação sensorial dos extrusados.....	37
Figura 3: Razão de expansão dos extrusados em função da temperatura de extrusão e da umidade da matéria-prima com velocidade de rotação da rosca de 165 rpm.....	45
Figura 4: Densidade dos extrusados em função da temperatura de extrusão e da umidade da matéria-prima com velocidade de rotação da rosca de 165 rpm.	47
Figura 5: Fraturabilidade dos extrusados em função da temperatura de extrusão e da umidade da matéria-prima com velocidade de rotação da rosca de 165 rpm.....	49
Figura 6: Retenção do butirato de etila em função da umidade da matéria-prima e da temperatura de extrusão com velocidade de rotação da rosca de 165 rpm.....	53
Figura 7: Aceitação do aroma por escala hedônica em função da temperatura de extrusão e da umidade da matéria-prima com velocidade de rotação da rosca de 165 rpm.....	56
Figura 8: Aceitação do aroma por escala hedônica em função da velocidade da rosca e da temperatura de extrusão com umidade da matéria-prima de 12%.....	57
Figura 9: Aceitação do aroma pela escala do ideal ajustada em função da temperatura e da umidade da matéria-prima com velocidade de rotação da rosca de 165 rpm.....	59
Figura 10: Extrusados cuja intensidade de aroma esteve mais frequentemente “abaixo do ideal”.....	60
Figura 11: Extrusados cuja intensidade de aroma esteve mais frequentemente “acima do ideal”.....	62
Figura 12: Extrusado com maior frequência para “intensidade ideal” de aroma.	63

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Delineamento composto central rotacional.	32
Tabela 2: Composição centesimal (% em base seca) do grits de milho.	39
Tabela 3: Distribuição granulométrica do grits de milho.	40
Tabela 4: Tempo de residência de extrusão.	40
Tabela 5: Razão de expansão, densidade e fraturabilidade dos extrusados.	42
Tabela 6: Regressão múltipla para ajuste do modelo linear e análise de variância da regressão para os dados de razão de expansão dos extrusados ($R^2 = 50,43\%$).	44
Tabela 7: Regressão múltipla para ajuste do modelo linear e análise de variância da regressão para os dados de densidade dos extrusados ($R^2 = 60,07\%$).	46
Tabela 8: Regressão múltipla para ajuste do modelo linear e análise de variância da regressão para os dados de fraturabilidade dos extrusados ($R^2 = 61,97\%$).	48
Tabela 9: Quantidade de compostos voláteis nos extrusados.	51
Tabela 10: Regressão múltipla para ajuste do modelo linear e análise de variância da regressão para os dados de retenção do butirato de etila ($R^2 = 38,67\%$).	52
Tabela 11: Intensidade e aceitação do aroma nos extrusados.	54
Tabela 12: Regressão múltipla para ajuste do modelo quadrático e análise de variância da regressão para os dados de aceitação do aroma por escala hedônica ($R^2 = 89,83\%$).	55
Tabela 13: Regressão múltipla para ajuste do modelo quadrático e análise de variância da regressão para os valores de ideal de intensidade do aroma ($R^2 = 77,96\%$).	58
Tabela 14: Correlação entre a retenção dos compostos voláteis e as avaliações sensoriais.	64

1 Introdução

A extrusão termoplástica tem sido cada vez mais utilizada para a elaboração dos mais diversos tipos de produtos expandidos devido a sua versatilidade e flexibilidade. O custo do equipamento é consideravelmente alto, porém a alta produtividade permite que o investimento seja recuperado em um curto espaço de tempo. Este processo apresenta várias vantagens, dentre elas: versatilidade; produto final de alto valor agregado; produto pronto para consumo; processo sem geração de resíduos; e baixo custo de produção industrial (EMBRAPA, 2011).

Os produtos extrusados normalmente recebem a adição de algum tipo de aroma para tornar o produto mais atrativo e versátil. Dentre os métodos de aromatização para produtos extrusados, o mais utilizado pelas indústrias de alimentos é a aplicação do aroma após a extrusão. Ao sair da extrusora, o produto recebe a aspensão de uma mistura de aroma e óleo ou gordura vegetal, o que eleva o teor lipídico do produto final (BHANDARI;D'ARCY; YOUNG, 2001). A gordura, além de servir como um veículo de aromatização, também tem a característica de aumentar a sensação de prazer no momento do consumo, no entanto, o alto consumo de produtos extrusados aromatizados por este método pode levar a um desequilíbrio nutricional (HEYHOE, 2000).

Na compra de um produto extrusado, tanto o aroma como a textura são características sensoriais importantes, porém os consumidores atuais têm buscado mais do que características sensoriais agradáveis, mas alimentos práticos, saudáveis e de baixo conteúdo em lipídeo. Portanto, novas formas de aromatização para os produtos extrusados vêm sendo estudadas, a fim de desenvolver alimentos mais saudáveis e que atendam às exigências dos consumidores.

Um dos métodos de aromatização mais adequado para isso é a aromatização pré-extrusão, em que o aroma é adicionado à matéria-prima. Este método possibilita a distribuição uniforme do aroma no alimento, melhora a estabilidade do aroma contra oxidação, além de não necessitar da utilização de um veículo lipídico. No entanto, grande quantidade dos compostos voláteis é perdida ao final da extrusão, ocasionando mudanças na textura e significativo aumento do custo, o que dificulta a utilização deste método (BHANDARI;D'ARCY; YOUNG, 2001; YULIANI et al., 2004).

Uma das alternativas para tentar reverter os problemas relacionados à aromatização pré-extrusão é conhecer a influência das condições de extrusão na estrutura e na retenção de aroma de produtos extrusados, a fim de diminuir ao máximo o emprego de lipídeos na aromatização e produzir alimentos com menor valor calórico, melhor valor nutritivo e com adequadas características sensoriais, como textura, aroma e sabor.

Poucos estudos relacionados a este tema são encontrados na literatura recente (YULIANI et al., 2006a; YULIANI et al., 2006b; YULIANI; TORLEY; BHANDARI, 2009; CONTI-SILVA; BASTOS; ARÊAS, 2012), tornando necessário o desenvolvimento de trabalhos que visam uma maior compreensão sobre o efeito das condições de extrusão na estrutura e na retenção de aroma de produtos extrusados pré-aromatizados.

2 Objetivos

2.1 Objetivo geral

Investigar o efeito da extrusão termoplástica na retenção de aroma e na estrutura de extrusados de grits de milho aromatizado.

2.2 Objetivos específicos

Investigar as condições de extrusão do grits de milho usando a Metodologia de Superfície de Resposta.

Avaliar a estrutura dos extrusados por meio da razão de expansão, densidade e textura instrumental.

Avaliar a retenção dos compostos voláteis utilizando a cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas.

Analisar sensorialmente os extrusados por meio do teste de diferença multiamostrais, teste de aceitação por escala hedônica e pela escala do ideal.

3 Revisão bibliográfica

3.1 Grits de milho

O milho é uma das culturas mais populares do mundo, sendo a produção mundial estimada em aproximadamente 865 milhões de toneladas. O Brasil está entre os quatro maiores produtores de milho do mundo. Em primeiro lugar, estão os Estados Unidos com 36,3% da produção mundial, seguido da China (22,2%), União Europeia (7,5%) e Brasil (7,2%) (ABIMILHO, 2012) (Apêndice 1).

A transformação do milho em diversos derivados possibilita seu uso como excelente fonte de matéria-prima para a indústria alimentícia. Desse cereal é possível obter cerca de noventa derivados diferentes, dos quais os principais são: óleo, amido, grits, fubá, canjica, amilose, amilopectina, zeína e fibras. Dentre as diversas aplicações do milho na indústria de alimentos, o uso do grão degerminado e moído para a produção de “snacks” tem se destacado nos últimos anos. O grão degerminado e moído, conhecido como grits de milho, apresenta em sua composição cerca de 90% de amido (base seca), o que lhe confere alta capacidade de expansão quando submetido ao processo de extrusão (GONÇALVEZ et al., 2003).

Na obtenção do grits, o grão de milho passa pelo processo de moagem à seco, o qual é relativamente simples. Primeiramente o grão é limpo, podendo ser umidificado até 20% de umidade. Em seguida, os grãos são degerminados e o germe segue para a extração do óleo e produção de farelo. O restante do endosperma é moído e peneirado em diferentes granulações, de acordo com a finalidade industrial, resultando em produtos como canjica, canjiquinha, grits e farinhas (EMBRAPA, 2011).

3.2 Extrusão termoplástica

A extrusão termoplástica é um processo amplamente utilizado para a obtenção de produtos alimentícios para o consumo humano e animal, devido à sua versatilidade operacional e múltiplas funções. Em se tratando de alimentos para o consumo humano, a extrusão termoplástica está sendo aplicada à produção de produtos de panificação, cereais matinais e “snacks”, produtos de confeitaria, massas, proteínas vegetais texturizadas, alimentos instantâneos, “croustons” para sopas, saladas entre outros (ARÊAS, 1996; CAMIRE; BELBEZ, 1996; REIFSTECK; JEON, 2000; SINGH; GAMLATH; WAKELING, 2007).

Trata-se de um processo que combina várias operações unitárias, tais como mistura, cozimento, amassamento, cisalhamento, formação e moldagem. Quando o alimento é aquecido a temperaturas maiores que 100 °C o processo é conhecido como cozimento por extrusão, em que se utiliza alta temperatura em curto tempo (HTST, High Temperature - Short Time) (FELLOWS, 2006).

No processo de extrusão a matéria-prima previamente hidratada (10-15% para os amiláceos e 30-40% para materiais protéicos) é colocada no funil de alimentação de uma extrusora e transportada ao longo do canhão em uma mesma direção e sentido. Ao longo desse caminho, o material é trabalhado pela rosca e é também exposto a temperaturas da ordem de 120-200°C e força de cisalhamento elevada. Próximo à saída do canhão, o passo da rosca torna-se menor, restringindo o volume e aumentando a resistência ao movimento do alimento, que é comprimido entre o canhão e os passos da rosca. Na saída da massa da extrusora, a diferença de pressão entre o interior do equipamento (3-5MPa ou 40-60atm) e a atmosfera faz com que ocorra uma rápida evaporação da água superaquecida presente na massa, resultando na formação de vacúolos e na expansão do material. Neste caso, o vapor atua como um agente de crescimento, fazendo com que o material se estique e se expanda na direção longitudinal e radial, e endureça em poucos segundos à temperatura ambiente, conferindo a textura desejada ao produto (CAMIRE, 1991; ARÊAS, 1992; MACRAE et al., 1993; ARÊAS, 1996; FELLOWS, 2006; SINGH; GAMLATH; WAKELING, 2007).

Uma série de mudanças ocorre na matéria-prima durante o processo de extrusão, como: hidratação de amidos e proteínas, homogeneização, gelatinização do amido, desnaturação protéica, destruição de fatores antinutricionais e redução da carga microbiana (FELLOWS, 2006; VERNAZA; CHANG; STEEL, 2009).

A matéria-prima utilizada para extrusão tem importante papel na estrutura e na qualidade do produto extrusado, sendo a umidade, o estado físico dos materiais, o tamanho das partículas, a composição química (quantidade e tipo de amido, teor de proteínas, gorduras e açúcares) e o pH do material umedecido alguns dos fatores mais importantes. Tais fatores afetam as propriedades reológicas do material no interior do canhão e, conseqüentemente, a qualidade do produto final. Tipos diferentes de matéria-prima podem resultar em produtos com características completamente diferentes mesmo mantendo-se as condições de extrusão e a extrusora utilizada. As diferenças no produto final são devidas ao tipo e a composição da matéria-prima, que afetam a viscosidade da massa e as características de fluxo da mesma, bem como às condições de processamento como temperatura, pressão e intensidade da força de cisalhamento (CAMPANELLA et al., 2002; ORDOÑEZ, 2005; FELLOWS, 2006).

Em se tratando da extrusão de alimentos amiláceos, a água adicionada à matéria-prima leva ao intumescimento dos grânulos de amido, os quais absorvem água e tornam-se hidratados. Um aumento na viscosidade da massa é observado com a gelatinização do amido, no entanto, uma redução da viscosidade da massa pode ocorrer como resultado da ação de cisalhamento intensa no interior do canhão, ocasionando a quebra das macromoléculas em moléculas menores. Na saída da extrusora, o material amiláceo que se encontra no estado vítreo se expande rapidamente e se resfria alcançando temperaturas abaixo do estado de transição vítrea, formando um produto com estrutura porosa. Acredita-se que a principal interação entre as macromoléculas de amido, responsável pela estrutura do produto final, seja de natureza eletrostática, entre os resíduos de açúcar. Tal interação é relativamente fraca e os produtos obtidos são muito expandidos e possuem estrutura frágil, que se rompe facilmente na presença de água. Os produtos amiláceos também possuem a característica de estarem prontos para o consumo após o processo, não necessitando de um processamento posterior (HARPER, 1978; ORDOÑEZ, 2005; FELLOWS, 2006).

No caso da extrusão de alimentos protéicos, diversas interações entre as moléculas de proteína e entre as proteínas e outras moléculas são possíveis de ocorrer, devido à diversidade de monômeros presentes. Durante o processamento forma-se uma massa viscosa uniforme sob as condições de calor úmido e, devido à ação de cisalhamento, as proteínas não conseguem se realinhar no interior do canhão. Esse realinhamento só é alcançado quando o material protéico deixa a trafilha. A expansão e o resfriamento do material ao sair da extrusora causam a polimerização das proteínas, a ligação transversal e a orientação das mesmas, resultando em um produto final de estrutura fibrosa. Os extrusados protéicos apresentam menor expansão, se comparados aos extrusados amiláceos, maior resistência à ruptura na presença de água e necessitam de algum processamento posterior para o seu consumo, como por exemplo, o cozimento (KINSELLA, 1978; ORDOÑEZ, 2005; FELLOWS, 2006).

3.3 Aroma e aromatização de produtos extrusados

O aroma é a característica sensorial do alimento mais afetada em processamentos que utilizam altas temperaturas, como é o caso da extrusão termoplástica. Durante a expansão do material, grande parte dos compostos voláteis é perdida juntamente com o vapor. Diante disso, reter os compostos voláteis sob as condições de extrusão constitui um desafio científico e tecnológico que tem despertado o interesse dos pesquisadores (REIFSTECK; JEON, 2000; YULIANI et al., 2004).

Vários fatores afetam a retenção dos compostos voláteis durante o processo de extrusão (REIFSTECK; JEON, 2000; BHANDARI; D'ARCY; YOUNG, 2001; YULIANI et al., 2004):

- 1) composição da matéria-prima (amido, proteínas, lipídios, ácidos, sais e açúcares);
- 2) condições de extrusão, como tempo de residência, temperatura, umidade, pressão e compressão;
- 3) formato e tamanho do produto final;
- 4) perda de vapor durante a expansão do extrusado;
- 5) difusividade dos voláteis: a maior ou menor perda de voláteis na expansão do extrusado depende da difusividade dos voláteis na massa antes da vaporização da água ao final do processo.

No processo de extrusão, os voláteis são convertidos em vapor devido à queda de pressão súbita na saída da extrusora e se difundem através da massa semi-sólida. Moléculas de cadeia longa apresentam maior retenção no produto final que as moléculas de cadeia curta, pois estas continuam a evaporar, embora em taxas mais lentas, enquanto as moléculas de cadeia longa têm uma difusão limitada. A difusividade também está relacionada à polaridade das moléculas. A alta solubilidade dos compostos polares na água aumenta sua difusividade através da matriz alimentícia comparada aos compostos apolares, resultando, portanto, em maior retenção dos apolares em relação aos polares (BHANDARI; D'ARCY; YOUNG, 2001).

O tempo de residência (tempo que um material é mantido dentro da extrusora) é um parâmetro importante na retenção do aroma. Quando os produtos são extrusados com baixo tempo de residência, os compostos voláteis responsáveis pelo aroma podem não ser formados adequadamente a partir dos precursores adicionados, enquanto que a extrusão com longo tempo de residência pode levar à degradação dos compostos voláteis formados (REIFSTECK; JEON, 2000). O tempo de residência, por sua vez, é dependente de outras variáveis independentes, tais como temperatura, umidade, composição do alimento, velocidade de rotação da rosca, configuração da rosca (CHOUDHURY; GAUTAM, 1999).

Outro fator importante na retenção de aroma é a expansão do material, pois quanto maior a evaporação da água, maiores são a expansão e a perda dos compostos voláteis. A expansão do extrusado, por sua vez, é afetada pelo conteúdo de umidade da matéria-prima, temperatura de extrusão, geometria e velocidade da rosca, dimensões do orifício de saída e composição do alimento (YULIANI et al. 2004).

Interações reversíveis ou irreversíveis de compostos voláteis com a matriz do alimento são responsáveis pela retenção ou pela perda do aroma durante a extrusão. Com o resfriamento rápido da massa processada à saída da extrusora, ocorre um aumento na viscosidade da massa e a formação de um material cristalino, causando a imobilização dos compostos voláteis no interior do extrusado, ou seja, um encapsulamento do aroma no interior do material sólido (REIFSTECK; JEON, 2000; BHANDARI; D'ARCY; YOUNG, 2001; YULIANI et al., 2004).

A quantidade de aroma retida no produto final depende de vários fatores como as condições de processamento utilizadas, a natureza do composto adicionado, o tipo e a composição da matéria-prima entre outros, podendo variar de valores próximos de 0, no caso do isovaleraldeído, a quase 100%, no caso do ácido butírico (CONTI-SILVA; BASTOS; ARÊAS, 2012).

Yuliani, Torley e Bhandari(2009) estudaram a adição pré-extrusão de d-limoneno em amido de milho. Os resultados mostraram que a retenção de aroma aumentou com o aumento da concentração de d-limoneno e se verificou que a adição de d-limoneno até 0,3% provocou um efeito lubrificante na massa de amido, indicado pelo baixo torque do motor e baixa razão de expansão do extrusado. Um aumento no torque e na razão de expansão foi observado com teores de d-limoneno acima de 0,3%. O efeito do d-limoneno no torque e nas propriedades dos extrusados (retenção de aroma e razão de expansão) foi atribuído à interação do d-limoneno com o amido através de complexos de inclusão.

Estudo feito por Arvisenet et al. (2002) mostrou que alguns compostos voláteis, como hexanoato de etila e linalol, são capazes de formar complexos com a amilose, levando à modificação da estrutura desta e, conseqüentemente, da estrutura da matriz alimentícia, aumentando a retenção desses compostos. Tais compostos, além de formar complexos com a amilose, na ausência desta, ainda podem interagir com a amilopectina. Essa interação com a amilopectina pode ocorrer pelo fato de que as ramificações da amilopectina possuem a mesma estrutura da amilose, possibilitando a interação com pequenos compostos, ou ainda pelo fato de uma possível interação na superfície das hélices, e neste caso o comprimento da cadeia não seria tão importante.

As interações formadas entre amilose e compostos voláteis são largamente dependentes da natureza molecular de tais compostos. Muitos alcoóis têm grande habilidade para formar complexos com a amilose, enquanto que compostos como cetonas, aldeídos, ou ésteres, dependem de sua solubilidade para formação desses complexos. A textura da matriz de amido é outro fator que tem importante influência na retenção de aroma. Arvisenet,Voilley

eCayot(2002), observaram que, em amido de milho não modificado, quanto mais viscosa a matriz, maior a retenção de alguns compostos voláteis .

Há vários métodos de aromatização de produtos extrusados (BHANDARI;D'ARCY; YOUNG, 2001), sendo eles:

- 1) aplicação após a extrusão: uma mistura de aroma e gordura vegetal hidrogenada ou óleo é aspergida sobre o produto extrusado. Apesar de ser bastante utilizado é um método que leva ao aumento do teor lipídico do extrusado, permite uma maior exposição dos compostos voláteis à oxidação, além de não haver uma distribuição homogênea do aroma sobre todo o produto extrusado;
- 2) incorporação pré-extrusão: o aroma é incorporado ao alimento antes da extrusão, possibilitando uma distribuição uniforme e melhor estabilidade contra oxidação, pois o aroma é encapsulado no interior da matriz do extrusado. Este constitui o mais adequado método de aromatização, no entanto, devido à grande perda de compostos voláteis ao final da extrusão, altas quantidades de aroma devem ser incorporadas, o que limita a utilização deste método, uma vez que acarreta mudanças na textura e significativo aumento do custo;
- 3) incorporação antes e após a extrusão: este método consiste da combinação dos dois métodos anteriores. A aromatização após a extrusão vem complementar a adição de aroma feita antes da extrusão, compensando a perda de compostos voláteis durante o processo, mas também há a desvantagem do custo devido à perda de aroma;
- 4) injeção no final do canhão: o aroma é injetado na massa na parte final do canhão. Este método melhora a retenção de voláteis, mas pode afetar a expansão radial do extrusado e o aroma pode não ser distribuído adequadamente, além de ainda ocorrer perda de aroma durante a expansão do produto.

A aromatização pós-extrusão, além de agregar maior aroma ao extrusado, eleva o teor de gordura do produto, aumentando a sensação de prazer no momento do consumo. No entanto, o alto consumo de produtos extrusados aromatizados por este método pode levar a um desequilíbrio nutricional, pois seu percentual lipídico varia de 18 a 41% e seu valor calórico de 450 a 575 calorias por 100 g de produto (HEYHOE, 2000).

Diante disso, novas formas de aromatização vêm sendo estudadas a fim de reduzir o teor lipídico nos extrusados como, por exemplo, a redução de lipídeos como veículo aromatizante (CAPRILES; SOARES; ARÊAS, 2007), a utilização de emulsificantes de aroma não-oleosos (ARÊAS et al., 2005) e métodos de aromatização pré-extrusão (CONTI-SILVA; BASTOS; ARÊAS, 2012). Para esta última, a dificuldade está em reter os compostos voláteis adicionados à matéria-prima antes da extrusão, sendo que, dentre as técnicas de incorporação

de aroma pré-extrusão, tem-se a adição de aroma propriamente dito, de precursores de aroma e de compostos aromáticos encapsulados (KOLLENGODE; HANNA, 1997; REIFSTECK; JEON, 2000; BHANDARI; D'ARCY; YOUNG, 2001; YULIANI et al., 2004).

Kollengode, Hanna e Cuppett(1996) extrusaram amido de milho com aromatização pré-extrusão e por meio de injeção de aroma no final do canhão, e a média de retenção dos compostos voláteis ficou em torno de 20%. Em outro estudo feito por PALKERT e FAGERSON (1980), a recuperação de compostos voláteis adicionados à farinha desengordurada de soja variou de 4 a 22% após a extrusão.

Conti-Silva, Bastos e Arêas (2012) extrusaram grãos de milho adicionado de ácido butírico, butirato de etila, isovaleraldeído e realçadores de sabor em três diferentes condições de extrusão. Foi observado que a retenção dos compostos voláteis depende das características físico-químicas de cada composto e da condição de extrusão utilizada. O ácido butírico, componente com menor pressão de vapor e maior ponto de ebulição, foi o que apresentou melhor retenção (96,4%) em todas as condições de extrusão. A condição de extrusão menos deletéria (20% umidade e 90°C) resultou em maior retenção dos compostos voláteis (2,9 – 81,0%) e maior intensidade de aroma. A adição dos compostos voláteis reduziu a razão de expansão e a força de corte dos extrusados, enquanto que a adição dos compostos voláteis juntamente com os realçadores de sabor aumentou a razão de expansão, mas reduziu a retenção do ácido butírico e do butirato de etila. Contudo, foi observado que é possível atingir alta porcentagem de retenção, utilizando compostos voláteis com maior resistência à perda durante o processo e também manipular as condições de extrusão.

Como observado, as condições de extrusão podem influenciar a retenção de compostos voláteis, sendo a Metodologia de Superfície de Resposta uma técnica indicada e apropriada para estudar esses efeitos.

3.4 Metodologia de Superfície de Resposta

A Metodologia de Superfície de Resposta (MSR) é um método de otimização que consiste em uma combinação de técnicas estatísticas, que permite a construção de modelos empíricos a fim de verificar o efeito de um conjunto de variáveis independentes sobre uma ou mais variáveis dependentes (resposta). Na Tecnologia de Alimentos, pode ser utilizada como uma ferramenta de grande valia para determinar condições ótimas de um sistema na obtenção de características desejáveis em um produto (BOX; DRAPER, 1987).

Esta metodologia consta de duas etapas distintas: modelagem e deslocamento. “A modelagem normalmente é feita ajustando-se modelos simples (em geral, lineares ou quadráticos) as respostas obtidas com planejamentos fatoriais ou com planejamentos fatoriais ampliados. O deslocamento se dá sempre ao longo do caminho de máxima inclinação de um determinado modelo, que é a trajetória na qual a resposta varia de forma mais pronunciada” (BARROS-NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2010, p. 265).

Os delineamentos experimentais que correspondem à etapa de modelagem são delineamentos incompletos, já que a função da MSR é minimizar o número de ensaios necessários. Em um exemplo que contém três variáveis independentes e cinco níveis para cada fator, ou seja, cinco valores para cada variável, o delineamento experimental é realizado com apenas 17 ensaios (BARROS-NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2010).

Segundo Montgomery e Runger (2009), na Metodologia de Superfície de Resposta, a forma de relação entre a resposta e as variáveis independentes é desconhecida, e, por isso, é necessário encontrar uma aproximação adequada para a relação verdadeira entre a resposta (Y) e as variáveis independentes. Para isso, emprega-se um polinômio de baixo grau em alguma região das variáveis independentes e, se a resposta se ajustar bem ao modelo de uma função linear das variáveis independentes, a função de aproximação será o modelo de primeira ordem:

$$Y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 + \dots + \beta_k x_k + \epsilon$$

Porém, se houver curvatura no sistema, um modelo polinomial de maior grau deve ser usado, tal como o modelo de segunda ordem:

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i < j} \beta_{ij} x_i x_j + \epsilon$$

A MSR é um método sequencial. Em um ponto da superfície de resposta longe do ponto ótimo, há pouca curvatura no sistema e o modelo de primeira ordem é apropriado. Por outro lado, uma vez que o objetivo é chegar à vizinhança do ponto ótimo ou mais precisamente ao ponto ótimo, um modelo mais elaborado, tal como o modelo de segunda ordem, pode ser empregado. Assim, para avaliar numericamente a qualidade de ajuste de um modelo, a Análise de Variância (ANOVA) costuma ser o método mais utilizado (MONTGOMERY; RUNGER, 2009; BARROS-NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2010).

No processo de extrusão termoplástica, consideram-se variáveis independentes todas aquelas que podem ser manipuladas durante o processamento, como: umidade do material, temperatura de processamento, velocidade de rotação da rosca, tipo de camisa, tipo de rosca,

diâmetro do orifício de saída. Por outro lado, as variáveis dependentes são aquelas verificadas no produto e que podem ser mensuradas, sendo as mais comumente estudadas em produtos extrusadosamiláceos: razão de expansão, textura instrumental, propriedades funcionais, como índice de absorção de água e índice de solubilidade em água, aceitabilidade sensorial, entre outras. Em alguns casos, não se consegue otimizar um processo através da MSR, no entanto, é possível investigar o efeito das variáveis independentes de um processo sobre as variáveis dependentes.

Yulianiet al. (2006a) verificaram a retenção de d-limoneno encapsulado com β -ciclodextrina na extrusão de amido de milho utilizando a MSR. Os resultados obtidos mostraram que o aumento da temperatura de extrusão diminuiu a expansão dos extrusados. Em combinação com a velocidade da rosca, o aumento da temperatura levou a redução da dureza dos mesmos e ao aumento da retenção de aroma. Também foi observado que o aumento da quantidade de d-limoneno encapsulado resultou em extrusados mais duros, e em combinação com a temperatura, verificou-se maior retenção do aroma com o aumento da quantidade de d-limoneno a baixas temperaturas.

A retenção de d-limoneno encapsulado com caseinato de sódio na extrusão de amido de milho também foi estudada utilizando a MSR. Os resultados encontrados mostraram que diferenças na quantidade de d-limoneno encapsulado adicionada modificam, aparentemente, o comportamento da pasta de amido através de suas interações com o amido e pelo efeito lubrificante dos voláteis que foram liberados durante o processo de extrusão. De forma geral, a adição de d-limoneno encapsulado até 2% induziu o efeito lubrificante, levando à diminuição na pressão de saída, no torque, na expansão e na variação da distribuição do tempo de residência. A retenção de aroma aumentou com o aumento a quantidade de d-limoneno encapsulado de 0 para 3% e diminuiu com a elevação da quantidade de d-limoneno encapsulado acima de 3% (YULIANI et al., 2006b).

Ainda existem poucos trabalhos relacionados ao estudo do efeito das variáveis de extrusão nos parâmetros estruturais e na retenção de aroma de extrusados (YULIANI et. al 2006a; YULIANI et. al 2006b; YULIANI; TORLEY; BHANDARI, 2009; CONTI-SILVA; BASTOS; ARÊAS, 2012). E, apesar da pesquisa desenvolvida sobre extrusão nos últimos anos, esta ainda pode ser considerada em desenvolvimento (ORDOÑEZ, 2005). Portanto, novos estudos são necessários a fim de compreender melhor a relação existente entre as variáveis do processo e as respostas de interesse.

4 Material e Metodologia

4.1 Material

O grits de milho foi adquirido no comércio de São José Rio Preto e não foi submetido a nenhum processo anteriormente à extrusão.

Foram utilizados três compostos voláteis para aromatização pré-extrusão do grits de milho: ácido butírico (código W222119, pureza > 99%), isovaleraldeído (código W269204, pureza > 97%) e butirato de etila (código W242705, pureza > 98%) (Sigma-Aldrich, Milwaukee, USA). A seleção dos compostos voláteis foi baseada em diferentes pontos de ebulição e no fato de que todos são compostos que apresentam contribuição odorífera para o aroma de diferentes tipos de queijo (O'RIORDAN; DELAHUNTY, 2003; FRANK; OWEN; PATTERSON, 2004; FRANK et al., 2006; GOGUS; OZEL; LEWIS, 2006), sendo o aroma de queijo um dos aromas mais utilizados na aromatização de *snacks*.

Os compostos voláteis utilizados para a aromatização dos extrusados possuem os seguintes pontos de ebulição e pressão de vapor: isovaleraldeído, pressão de vapor de 4009 Pa e ponto de ebulição de 92,5 °C; butirato de etila, pressão de vapor de 1510 Pa e ponto de ebulição de 121,5 °C; e ácido butírico, pressão de vapor de 57 Pa e ponto de ebulição de 163,7 °C (LIDE, 1997).

O tempo de residência de extrusão foi determinado utilizando um corante natural de carmim (CC-300-WS-Koh, código 621579), fornecido pela empresa Chr. Hansen Ind. e Com. Ltda (Valinhos / SP, Brasil), que não apresenta interferência no aroma do produto.

4.2 Metodologia

4.2.1 Caracterização da matéria-prima

Foi determinada a composição centesimal do grits de milho (análises em triplicata) de acordo com os seguintes métodos:

- Umidade: foi determinada por secagem em estufa a 105°C (AOAC, 1997);
- Cinzas: o teor de cinzas foi determinado por incineração em mufla a 550°C (AOAC, 1997);
- Proteína: foi determinado conforme o Método de Kjeldahl, multiplicando o teor de nitrogênio total pelo fator de conversão geral de 6,25 (AOAC, 1997);
- Lipídeos: o teor de lipídeos foi determinado por extração com éter de petróleo em extrator de Soxhlet (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 1985).
- Carboidratos totais: o teor percentual de carboidratos totais foi calculado como a diferença

entre 100 e a soma do conteúdo de umidade, cinzas, proteínas e lipídeos.

Também foi realizada a distribuição granulométrica do grits de milho em triplicata, utilizando agitador de peneiras PRODUTEST contendo 5 peneiras com as malhas 16, 18, 20, 25 e 40 e o fundo. Adicionaram-se 250g de amostra na peneira superior e levaram-se as peneiras e o fundo ao agitador por 5 minutos na velocidade média. Após este período, os grits de milho contidos em cada peneira foram pesados e a porcentagem retida em cada uma delas foi calculada.

4.2.2 Ajuste da umidade do grits de milho

Para o ajuste das diferentes umidades (base seca) do grits de milho para extrusão, foi determinada a umidade inicial do grits pelo método de secagem em estufa a 105°C (AOAC, 1997) e calculada a quantidade de água a ser adicionada, para obtenção do gris de milho com 15, 18 e 20%, de acordo com a equação:

$$A = \left[\frac{(100 - U_i) \cdot U_f}{100} \right] - U_i ,$$

na qual,

A = água a ser adicionada em 100 g de grits de milho (g)

U_i = umidade inicial da amostra (b.s.) (%)

U_f = umidade final da amostra (b.s.) (%).

A adição de água ao grits de milho foi realizada em uma bateadeira planetária com batedor aramado em velocidade mínima e adicionou-se ao material 8mL de água a cada minuto com o auxílio de um conta-gotas até completar a quantidade de água necessária para obtenção das umidades desejadas. No entanto, para obter grits de milho com 10 e 12% de umidade foi necessário secar o grits. Nestes casos, realizou-se a secagem em estufa a 70°C por 60 e 30 minutos, respectivamente para a obtenção dos grits com 10 e 12% de umidade.

Depois da adição de água ou secagem do material, o mesmo foi estocado em sacos plásticos e mantido sob refrigeração, por 24 horas, para equilíbrio da umidade. Após esse período, determinou-se novamente a umidade do material pelo método de secagem em estufa a 105°C (AOAC, 1997).

4.2.3 Aromatização pré-extrusão

Após o ajuste da umidade do grãos de milho, o mesmo foi dividido em porções de 400 g as quais foram acondicionadas em sacos plásticos de polietileno. Em seguida fez-se a aromatização do grãos de milho adicionando-se 1,5% de cada um dos três compostos voláteis (m/m) a cada porção de 400 g de grãos. A adição dos compostos voláteis foi feita em volume, baseada na densidade dos mesmos. Após a adição dos compostos voláteis, os sacos de polietileno foram selados, fez-se uma homogeneização manual dos compostos voláteis ao grãos de milho e os sacos de polietileno contendo o grãos aromatizado foram mantidos à temperatura ambiente por duas horas antes da extrusão (CONTI-SILVA; BASTOS; ARÊAS, 2012).

4.2.4 Extrusão do grãos de milho

Foi utilizada uma extrusora de rosca única (modelo LAB 20, AX Plásticos) com canhão com relação comprimento/diâmetro (L/D) de 26:1, camisa estriada, rosca com taxa de compressão de 4,6:1, trafiladora com um orifício de 3,3 mm e quatro zonas de aquecimento (Figura 1). As zonas de aquecimento da extrusora são aquecidas por resistências elétricas e resfriadas por meio de ventoinhas acionadas automaticamente de acordo com a necessidade.

Figura 1: Extrusora AX Plásticos



As temperaturas das zonas 1, 2 e 4 foram determinadas através de testes preliminares e mantidas da seguinte forma: zonas 1 e 2 a 50 e 90°C, respectivamente, e zona 4 a 10°C abaixo da temperatura da zona 3. A velocidade de alimentação da extrusora também foi determinada por testes preliminares e mantida a 46 g/min. As demais condições de extrusão, como umidade da matéria-prima, temperatura de extrusão (temperatura da 3ª zona do canhão) e velocidade de rotação da rosca, foram estabelecidas por meio da Metodologia de Superfície de Resposta.

Durante o processamento, foram feitas três medições do tempo de residência para cada ensaio, utilizando o corante natural de carmim. A primeira medição foi realizada logo no início da extrusão, a segunda após aproximadamente metade do material ter sido extrusado e a última no final da extrusão. Em cada medição, 1 g de grãos de milho misturado com corante foi colocado no funil de alimentação da extrusora e o tempo gasto entre a entrada desse material e a saída do material extrusado com o corante foi padronizado como o tempo de residência de extrusão.

4.2.5 Metodologia de Superfície de Resposta (MSR)

Foi utilizada a Metodologia de Superfície de Resposta, levando-se em consideração três variáveis independentes: umidade do grão (base seca), temperatura de extrusão (temperatura da 3ª zona do canhão) e velocidade de rotação da rosca. Para avaliar os efeitos combinados das variáveis independentes sobre a variável dependente aplicou-se um delineamento composto central rotacional formado por:

- uma parte fatorial contendo 8 pontos (combinações entre os níveis -1 e $+1$), que consiste no fatorial 2^3 ;
- uma parte axial contendo 6 pontos (uma variável no nível $+\alpha$ e duas em 0; e uma no nível $-\alpha$ e duas em 0),
- três pontos centrais (as três variáveis independentes no nível 0), a fim de aumentar a precisão em torno do ponto central.

Para a determinação do ponto central do delineamento e dos demais níveis de cada fator (variável independente), foram consideradas as características operacionais da extrusora, dados da literatura (CONTI-SILVA; BASTOS; ARÊAS, 2012) e dados obtidos com testes preliminares. Os testes preliminares mostraram que a utilização de velocidades de rotação da rosca mais baixas resultava no acúmulo de material no interior do canhão, interrompendo o processo. Por outro lado, também não era possível utilizar velocidade de rotação da rosca maior que 179 rpm, uma vez que esta é a máxima velocidade de rotação atingida pela extrusora. Também por meio dos testes preliminares, verificou-se certa dificuldade para se

alcançar e estabilizar a temperatura desejada nas zonas da extrusora, uma vez que o sistema de resfriamento, feito por meio de ventoinhas, não é tão eficiente. Portanto, optou-se por não utilizar uma grande amplitude de temperatura de extrusão.

A Tabela 1 apresenta o delineamento experimental utilizado com valores codificados e reais das variáveis independentes.

Tabela 1: Delineamento composto central rotacional.

Ensaio	Ordem do ensaio	X ₁	X ₂	X ₃	U (%)	T (°C)	VR (rpm)
1	11°	-1	-1	-1	12	157	165
2	2°	+1	-1	-1	18	157	165
3	6°	-1	+1	-1	12	177	165
4	1°	+1	+1	-1	18	177	165
5	5°	-1	-1	+1	12	157	175
6	15°	+1	-1	+1	18	157	175
7	14°	-1	+1	+1	12	177	175
8	16°	+1	+1	+1	18	177	175
9	17°	-1,682	0	0	10	167	170
10	10°	+1,682	0	0	20	167	170
11	13°	0	-1,682	0	15	150	170
12	4°	0	+1,682	0	15	184	170
13	8°	0	0	-1,682	15	167	162
14	3°	0	0	+1,682	15	167	178
15	7°	0	0	0	15	167	170
16	12°	0	0	0	15	167	170
17	9°	0	0	0	15	167	170

X₁, X₂, X₃: variáveis independentes; U: umidade em base seca; T: temperatura da 3ª zona da extrusora; VR: velocidade de rotação da rosca.

Na realização do delineamento experimental, não foi possível fazer uma seleção aleatória dos ensaios, pois é necessário certo tempo para estabilizar a temperatura da extrusora, consumindo grande quantidade de material. Portanto, a ordem dos ensaios foi estabelecida em função do aumento da temperatura (da menor para a maior), sorteando os ensaios apenas dentro de uma mesma temperatura. O grits de milho com menor umidade (10%) foi extrusado por último, pois, sendo um produto de baixa umidade, poderiam ocorrer oscilações na temperatura de extrusão e até mesmo acúmulo do material no interior do canhão interrompendo o processo. Durante a estabilização da temperatura entre um ensaio e outro, foi utilizado grits de milho com 20% de umidade devido à maior facilidade de seu processamento e em cada ensaio foram extrusados 400 g de grits de milho.

Foram consideradas variáveis respostas do delineamento experimental: tempo de residência de extrusão, razão de expansão, densidade, textura instrumental, retenção dos compostos voláteis, intensidade do aroma e aceitação sensorial do aroma.

Os resultados obtidos para as variáveis respostas foram submetidos à análise de regressão múltipla, sendo considerados significativos os coeficientes cujo valor de p esteve abaixo de 0,05. A regressão foi avaliada através de análise de variância, considerando-se regressão significativa quando $p \leq 0,05$ e sem falta de ajuste quando $p > 0,05$. E para a construção da superfície de resposta, foram considerados apenas os coeficientes estatisticamente significativos das variáveis independentes. As análises foram realizadas no programa Statistica 7.0 (StatSoft Inc., Oklahoma, EUA).

4.2.6 Avaliação da estrutura dos extrusados

Foram feitas as seguintes avaliações quanto à estrutura dos extrusados:

1) razão de expansão: foram realizadas quinze medidas aleatórias do diâmetro dos extrusados, os quais apresentavam aproximadamente 50 mm de comprimento, utilizando-se um paquímetro digital (Digimess IP54). A partir disso, obteve-se a razão de expansão dos extrusados de acordo com a equação:

$$\text{razão de expansão} = \frac{\text{média dos diâmetros dos extrusados}}{\text{diâmetro do orifício de saída da trafila}}$$

2) densidade: foram realizadas quinze medidas aleatórias do diâmetro e do comprimento dos extrusados, utilizando o mesmo paquímetro digital, e a densidade ($\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$) dos extrusados foi obtida pela equação:

$$\rho = \frac{4 \cdot M}{\pi \cdot D^2 \cdot L},$$

na qual:

M = peso do extrusado (g)

D = diâmetro do extrusado (cm)

L = comprimento do extrusado (cm) (CHÁVEZ-JÁUREGUI; SILVA; ARÊAS, 2000).

3) textura instrumental: a força necessária para completa ruptura dos extrusados foi determinada em equipamento TAXT2i (Stable Micro Systems, Godalming, Inglaterra) e programa *Texture Expert* (Stable Micro Systems, Godalming, Inglaterra), utilizando o *probe "blade set with guillotine"*. Dez amostras de extrusados com, aproximadamente, 50 mm de comprimento foram cortadas perpendicularmente, com uma velocidade de pré-teste de 5 mm/s e uma velocidade de teste de 1 mm/s, obtendo-se curvas de força x tempo. O pico da força máxima obtida, em newtons, foi considerado a força de corte do extrusado. De acordo com o trabalho desenvolvido por Paula e Conti-Silva (2011), a força de corte dos extrusados pode ser também denominada de fraturabilidade, uma vez que foi observada uma forte correlação positiva entre a força de corte dos extrusados, medida instrumentalmente, e a fraturabilidade dos mesmos, determinada por meio de análise sensorial.

4.2.7 Análise da retenção dos compostos voláteis dos extrusados por cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massa

Os compostos voláteis retidos nos extrusados foram separados, identificados e quantificados por cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massa.

Foi feita a moagem dos extrusados de cada ensaio e dois gramas de extrusado moído foram adicionados em cada *vial*, sendo que para cada ensaio a análise foi realizada em duplicata. Os compostos voláteis retidos nos extrusados foram capturados utilizando um amostrador de *headspace* automático (HStrap 40, Perkin Elmer). Em seguida, os compostos foram analisados por um cromatógrafo a gás (Clarus680T, Perkin Elmer) acoplado a um espectrômetro de massa (Clarus 600T, Perkin Elmer). Foi utilizada uma coluna capilar de sílica fundida elite 5MS (30 m x 0.25 mm x 1.4 μ m, Perkin Elmer, Shelton, USA), com hélio a 1ml/min como gás de arraste.

O *headspace* foi mantido nas seguintes condições:

- aquecimento do *vial* a 70 °C por 30 min;
- temperatura da agulha de 80 °C;
- tempo de pressurização do *vial* de 3 min;
- temperatura da linha de transferência de 210 °C;
- modo de injeção constante;
- duração do tempo de injeção de 0,1 min;
- volume de injeção de 0,1 mL;
- pressão de injeção de 28 psi;

- e pressão na coluna de 23 psi.

As condições cromatográficas utilizadas foram: injetor a 230 °C no modo *splitless* até 1 min, *split* de 1:100 até 1,5 min e *split* de 1:200 até o final da corrida e programação da coluna com início em 40 °C por 3 min e elevação até 210 °C a 25 °C/min, permanecendo por 2 min a 210 °C (tempo total da corrida de 12 min).

Para o espectrômetro de massa foram utilizadas as seguintes condições: temperatura de interface 230 °C; fonte de ionização por impacto de elétrons a 70 eV e 210 °C; e extensão de massa entre 40 e 120 m/z.

Para a construção da curva padrão para quantificação de cada composto volátil, foram injetados os padrões dos compostos voláteis em diferentes quantidades, sendo a curva padrão submetida a um ajuste linear passando pela origem.

As curvas padrão utilizadas para a quantificação dos compostos voláteis retidos nos extrusados foram:

1) Ácido butírico:

$$A = 8,56 \cdot 10^8 \cdot Q (R^2 = 56\%)$$

na qual:

A = Área do composto volátil obtida no cromatograma

Q = quantidade de composto volátil correspondente à área obtida

2) Butirato de etila:

$$A = 6,26 \cdot 10^{11} \cdot Q (R^2 = 80\%)$$

na qual:

A = Área do composto volátil obtida no cromatograma

Q = quantidade de composto volátil correspondente à área obtida

3) Isovaleraldeído:

$$A = 4,55 \cdot 10^{11} \cdot Q(R^2 = 61,8\%)$$

na qual:

A = Área do composto volátil obtida no cromatograma

Q = quantidade de composto volátil correspondente à área obtida

A quantidade de cada composto volátil retida nos extrusados foi determinada a partir das sequências apresentadas e a retenção total dos compostos voláteis foi obtida pela soma da quantidade de cada composto volátil retida nos extrusados.

Os cromatogramas e os espectros obtidos foram analisados utilizando o programa TurboMass versão 5.4.2 (PerkinElmer Inc., Waltham, EUA).

4.2.8 Análise sensorial dos extrusados

A análise sensorial foi realizada no Laboratório de Análise Sensorial do Departamento de Engenharia e Tecnologia de Alimentos do Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas (Ibilce) da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, utilizando-se cabines individuais com luz branca. O projeto foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa do mesmo instituto, de acordo com a Resolução CNS/196/96 (parecer 050/11, Anexo 1), e os julgadores assinaram o Termo de Consentimento Livre e Esclarecido (Anexo 2) antes do início dos testes.

Os extrusados foram avaliados sensorialmente quanto à intensidade de aroma, utilizando um teste de diferença multiamostrais (MEILGAARD et al., 1999, p.111) e quanto à aceitação do aroma por meio de escala hedônica estruturada de nove pontos e escala do ideal (MEILGAARD et al., 1999).

Primeiramente, os julgadores foram familiarizados com o aroma a ser testado, sendo solicitado que eles cheirassem uma mistura dos três compostos voláteis. Essa mistura foi apresentada em uma xícara de porcelana coberta com duas camadas de papel alumínio: uma primeira com orifícios para aspiração do aroma e uma segunda sem orifícios para evitar a perda dos compostos voláteis. Foi explicado aos julgadores que a intensidade dessa mistura era a máxima que poderia ser encontrada nas amostras, uma vez que representa a quantidade dos compostos voláteis sem a perda durante a extrusão. Em seguida, 4,5 g dos extrusados foram apresentados aos julgadores em copos plásticos codificados com três dígitos e cobertos

com duas camadas de papel alumínio. A apresentação das amostras foi feita em bloco completo, de forma aleatória, balanceada e monádica.

Foram recrutados 66 julgadores e foi solicitado aos mesmos que avaliassem a intensidade do aroma e manifestassem sua opinião quanto à aceitação do aroma dos produtos utilizando a ficha sensorial mostrada na Figura 2.

Figura 2: Ficha da avaliação sensorial dos extrusados.

Nome: _____		Data: _____		AMOSTRA Nº _____	
Você está recebendo uma amostra de “salgadinho” de milho. Por favor, cheire essa amostra e indique:					
1 - Qual a INTENSIDADE DO AROMA :			2 - Quanto a INTENSIDADE DO AROMA ESTÁ IDEAL para você:		
<input type="checkbox"/> Nenhum			<input type="checkbox"/> extremamente mais intenso que o ideal		
<input type="checkbox"/> Fracamente detectável			<input type="checkbox"/> muito mais intenso que o ideal		
<input type="checkbox"/> Muito suave			<input type="checkbox"/> moderadamente mais intenso que o ideal		
<input type="checkbox"/> Suave			<input type="checkbox"/> ligeiramente mais intenso que o ideal		
<input type="checkbox"/> Suave-moderado			<input type="checkbox"/> intensidade ideal		
<input type="checkbox"/> Moderado			<input type="checkbox"/> ligeiramente menos intenso que o ideal		
<input type="checkbox"/> Moderado-forte			<input type="checkbox"/> moderadamente menos intenso que o ideal		
<input type="checkbox"/> Forte			<input type="checkbox"/> muito menos intenso que o ideal		
3 - Quanto você GOSTOU DO AROMA :			<input type="checkbox"/> extremamente menos intenso que o ideal		
<input type="checkbox"/> 9 – gostei extremamente					
<input type="checkbox"/> 8 – gostei muitíssimo					
<input type="checkbox"/> 7 – gostei moderadamente					
<input type="checkbox"/> 6 – gostei levemente					
<input type="checkbox"/> 5 – nem gostei nem desgostei					
<input type="checkbox"/> 4 – desgostei levemente					
<input type="checkbox"/> 3 – desgostei moderadamente					
<input type="checkbox"/> 2 – desgostei muitíssimo					
<input type="checkbox"/> 1 – desgostei extremamente					
Comentários:					

Para a intensidade do aroma, a escala nominal foi decodificada em valores numéricos, segundo MEILGAARD et al. (1999, p. 54):

Escala de intensidade	Escala numérica
Nenhum	0
Fracamente detectável	0,25
Muito suave	0,5
Suave	1,0

Suave-moderado	1,5
Moderado	2,0
Moderado-forte	2,5
Forte	3

Além da intensidade do aroma ser considerada uma variável resposta do delineamento experimental, os resultados também foram submetidos à análise de variância (Anova) seguida do teste de Tukey, sendo considerada diferença significativa quando $p \leq 0,05$. Essa análise foi realizada no programa Minitab 16 (Minitab Inc., Pensilvânia, EUA).

Para os resultados da escala do ideal, considera-se que um produto tem intensidade ideal para a característica sensorial avaliada quando 70% dos julgadores indicam “intensidade ideal” para tal característica (MINIM, 2006). Além desse critério, foi feito um ajuste na escala do ideal (BOWER; BOYD, 2003) para que o ideal de intensidade do aroma fosse considerado como variável resposta e também para se avaliar a correlação entre a aceitação sensorial por meio das escalas hedônica e do ideal:

Escala do ideal	Escala numérica	Escala ajustada
Extremamente mais intenso que o ideal	1	1,8
Muito mais intenso que o ideal	2	3,6
Moderadamente mais intenso que o ideal	3	5,4
Ligeiramente mais intenso que o ideal	4	7,2
Intensidade ideal	5	9,0
Ligeiramente menos intenso que o ideal	6	7,2
Moderadamente menos intenso que o ideal	7	5,4
Muito menos intenso que o ideal	8	3,6
Extremamente menos intenso que o ideal	9	1,8

4.2.9 Análise de correlação

Foi realizada análise de correlação de Pearson entre as características avaliadas nos extrusados, sendo considerada correlação forte quando o coeficiente de correlação de Pearson esteve acima de 0,7 ou abaixo de -0,7 ($p \leq 0,05$). Para essa análise, utilizou-se o programa Minitab 16 (Minitab Inc., Pensilvânia, EUA).

5 Resultados e discussão

5.1 Caracterização da matéria-prima

5.1.1 Composição centesimal

Foi realizada a composição centesimal do grits de milho utilizado para extrusão (Tabela 1), a fim de conhecer a matéria-prima utilizada.

Tabela 2: Composição centesimal (% em base seca) do grits de milho.

Componentes	*Média (dp)
Cinzas	0,3 (0,01)
Proteínas	7,7 (0,09)
Lipídeos	1,1 (0,04)
Carboidratos totais	90,9

Umidade do grits de milho: 10,8 % (b.u.);* Média de três replicatas; dp: desvio padrão.

Observa-se que o grits de milho, como esperado, tem alto teor de carboidratos totais e baixo teor lipídico, o que viabiliza sua extrusão sem necessidade de desengorduramento prévio. A extrusão de materiais com teor lipídico acima de 4% em extrusoras de rosca única é limitada devido ao deslizamento do material dentro da máquina, não ocorrendo, assim, os adequados cisalhamento e texturização do material (REIFSTECK e JEON, 2000).

5.1.2 Distribuição granulométrica

A distribuição granulométrica é um fator de qualidade na matéria-prima para extrusão, uma vez que afeta a difusividade da água e o grau de gelatinização do amido, alterando a viscosidade do material durante o processo de extrusão. A extrusão de partículas de tamanho uniforme possibilita um adequado cozimento das mesmas prevenindo contra dureza ou cozimento parcial no produto final. O tamanho e a uniformidade das partículas também afeta a expansão do produto, principalmente quando se utiliza extrusoras de rosca única, sendo que partículas pequenas se fundem mais rapidamente resultando em uma massa de baixa viscosidade. Por outro lado, quando se utiliza extrusoras de rosca dupla, o tamanho das partículas passa a não ser tão importante (EMBRAPA, 2011).

A distribuição granulométrica do grits de milho utilizado (Tabela 3) assemelha-se à do grits de milho degerminado para obtenção de “snacks” com textura crocante e células maiores, cuja maior retenção encontra-se na peneira de mesh 20 (EMBRAPA, 2011).

Tabela 3: Distribuição granulométrica do grãos de milho.

Mesh (ABNT)	Abertura (mm)	* Retenção (%)
16	1,19	0,65 (0,06)
18	1,00	39,3 (2,84)
20	0,84	55,8 (2,38)
25	0,71	2,63 (0,28)
40	0,42	1,03 (0,15)
Fundo	---	0,60 (0,11)
Total	---	100

* média de 3 medições (desvio padrão).

5.2 Tempo de residência

Os dados referentes ao tempo de residência de extrusão em cada ensaio experimental estão apresentados na Tabela 5.

Tabela 4: Tempo de residência de extrusão.

Ensaio	Umidade (%)	Temperatura (°C)	Vel. Rosca (rpm)	Tempo de residência* (s)
1	12	157	165	24,8 (3,8)
2	18	157	165	29,5 (11,6)
3	12	177	165	20,7 (0,7)
4	18	177	165	21,8 (2,0)
5	12	157	175	19,3 (1,0)
6	18	157	175	18,6 (1,1)
7	12	177	175	20,1 (0,5)
8	18	177	175	21,4 (3,7)
9	10	167	170	23,7 (0,9)
10	20	167	170	19,4 (1,6)
11	15	150	170	17,8(1,1)
12	15	184	170	22,3 (1,2)
13	15	167	162	23,7 (1,6)
14	15	167	178	21,4 (1,4)
15	15	167	170	27,5 (1,6)
16	15	167	170	24,0 (2,9)
17	15	167	170	23,8 (1,6)

Umidade: umidade do grãos de milho em base seca; Temperatura: temperatura da 3ª zona da extrusora;

Vel. Rosca: velocidade de rotação da rosca; *média de 3 medições (desvio padrão).

Os dados referentes ao tempo de residência de extrusão foram submetidos à análise de regressão múltipla para ajuste do modelo quadrático e linear e a regressão para ambos os modelos foi submetida à análise de variância (ANOVA). No entanto, a regressão para ambos os modelos não foi significativa, o que indica que nenhuma das variáveis independentes tem efeito significativo sobre a variável resposta tempo de residência de extrusão.

5.3 Estrutura dos extrusados

Os dados referentes à razão de expansão e a aparência dos extrusados em cada ensaio experimental estão apresentados na Tabela 6 e no Quadro 1, respectivamente. A razão de expansão dos extrusados variou de 1,61 a 3,08, o que caracteriza uma boa expansão visto que a adição de compostos voláteis antes da extrusão pode reduzir a expansão dos extrusados. Tais valores de razão de expansão são semelhantes aos encontrados por Conti-Silva, Bastos e Arêas (2012) que observaram razão de expansão de 2,9 a 3,7, e maiores que os encontrados por Yuliani, Torley e Bhandari (2009) que obtiveram razão de expansão de 1,7 a 2,2, ambos para extrusão de matéria-prima aromatizada.

Os extrusados dos ensaios 8 e 12 apresentaram-se mais homogêneos visualmente e tiveram valores de razão de expansão altos (3,08 e 3,01, respectivamente), enquanto que os extrusados do ensaio 17, apesar da alta razão de expansão observada (3,06), apresentaram-se menos homogêneos.

A mesma observação pode ser feita para os extrusados menos expandidos. Os extrusados dos ensaios 1 e 5 apresentaram-se menos homogêneos visualmente e com baixa razão de expansão (1,61 e 1,74, respectivamente).


















Tabela 5: Razão de expansão, densidade e fraturabilidade dos extrusados.

Ensaio	Umidade (%)	Temperatura (°C)	Vel. Rosca (rpm)	Razão de expansão*	Densidade* (g/cm ³)	Fraturabilidade** (N)
1	12	157	165	1,61 (0,15)	0,85 (0,15)	51,6 (21,7)
2	18	157	165	2,44 (0,22)	0,28 (0,05)	38,7 (21,5)
3	12	177	165	2,73 (0,39)	0,27 (0,10)	32,6 (9,4)
4	18	177	165	2,31 (0,31)	0,27 (0,09)	21,0 (3,0)
5	12	157	175	1,74 (0,25)	0,71 (0,14)	40,9 (25,7)
6	18	157	175	1,94 (0,31)	0,64 (0,17)	51,5 (20,6)
7	12	177	175	2,69 (0,34)	0,31 (0,11)	32,0 (5,8)
8	18	177	175	3,08 (0,31)	0,14 (0,02)	26,2 (4,1)
9	10	167	170	2,99 (0,31)	0,22 (0,04)	27,6 (9,6)
10	20	167	170	2,38 (0,28)	0,38 (0,12)	41,6 (17,0)
11	15	150	170	1,94 (0,17)	0,66(0,16)	51,2 (22,8)
12	15	184	170	3,01 (0,31)	0,13 (0,02)	24,1 (5,4)
13	15	167	162	2,59 (0,37)	0,35 (0,16)	47,9 (17,1)
14	15	167	178	2,76 (0,19)	0,29 (0,07)	45,1 (12,2)
15	15	167	170	2,88 (0,30)	0,23 (0,07)	44,3 (8,3)
16	15	167	170	2,52 (0,30)	0,36 (0,15)	38,0 (21,0)
17	15	167	170	3,06 (0,41)	0,19 (0,05)	30,3 (10,5)

Umidade: umidade do grão de milho em base seca; Temperatura: temperatura da 3ª zona da extrusora; Vel. Rosca: velocidade de rotação da rosca.

* Média de 15 replicatas (desvio-padrão)** Média de 10 replicatas (desvio-padrão)

Quadro 1: Fotos das seções transversais e longitudinais dos extrusados de grits de milho.

Ensaio	U (%)	T (°C)	VR (rpm)	Extrusado	Ensaio	U (%)	T (°C)	VR (rpm)	Extrusado	Ensaio	U (%)	T (°C)	VR (rpm)	Extrusado
1	12	157	165		7	12	177	175		13	15	167	162	
2	18	157	165		8	18	177	175		14	15	167	178	
3	12	177	165		9	10	167	170		15	15	167	170	
4	18	177	165		10	20	167	170		16	15	167	170	
5	12	157	175		11	15	150	170		17	15	167	170	
6	18	157	175		12	15	184	170						

U: umidade do grits de milho (b.s.); T: temperatura da 3ª zona da extrusora; VR: velocidade de rotação da rosca.

Os dados referentes à razão de expansão foram submetidos à análise de regressão múltipla para ajuste do modelo quadrático e linear e a regressão para ambos os modelos foi submetida à análise de variância (ANOVA). Apenas a regressão para o ajuste do modelo linear foi significativa e encontra-se na tabela 7.

Tabela 6:Regressão múltipla para ajuste do modelo linear e análise de variância da regressão para os dados de razão de expansão dos extrusados ($R^2 = 50,43\%$).

Fonte de variação	coeficiente	erro	t - estimativa	p-valor *
Constante	2,508	0,088	28, 320	< 0,001
X₁ (umidade)	-0,002	0,098	-0,021	0,983
X₂ (temperatura)	0,356	0,098	3,606	0,003
X₃ (vel. Rosca)	0,047	0,098	0,475	0,643
Regressão (ANOVA)	---	---	---	0,024
Falta de ajuste	---	---	---	0,385

* valores significativos a $p \leq 0,05$

A razão de expansão foi influenciada apenas pela temperatura de extrusão, resultando na seguinte equação:

$$y_{RE} = 2,508 + 0,356T$$

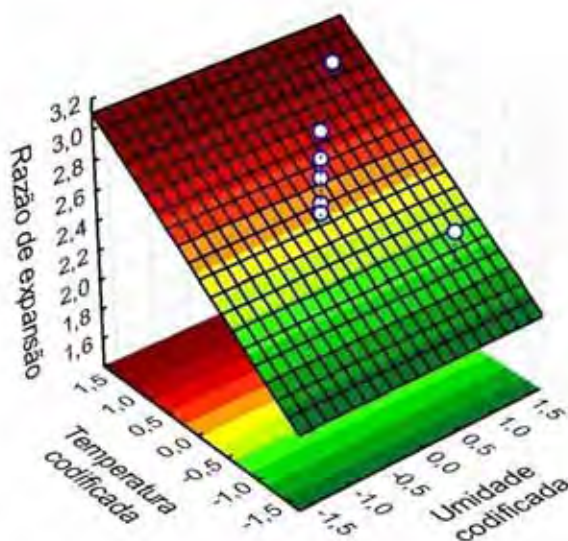
em que:

y_{RE} = razão de expansão

T = temperatura de extrusão codificada

A partir desta equação pôde-se construir a superfície de resposta referente ao efeito da temperatura sobre a razão de expansão, como apresentada na Figura 3.

Figura 3: Razão de expansão dos extrusados em função da temperatura de extrusão e da umidade da matéria-prima com velocidade de rotação da rosca de 165 rpm.



A figura 3 mostra o aumento da razão de expansão com o aumento da temperatura de extrusão. A expansão de produtos extrusados é um parâmetro afetado pelas propriedades reológicas da massa no interior da extrusora. O aumento da razão de expansão com o aumento da temperatura de extrusão pode ser explicado pelo crescimento de células de ar por condução do vapor. Quando a massa deixa a trafilha, a queda súbita de pressão provoca a rápida evaporação da água superaquecida presente no material, levando à formação de bolhas na massa que crescem devido à diferença de pressão entre a massa e a pressão atmosférica, resultando na expansão do produto final (CAMPANELLA et al., 2002). Quanto maior a temperatura de extrusão, menor é a viscosidade da massa e mais elevada é a temperatura da água superaquecida presente na massa, aumentando o diferencial de pressão na saída da extrusora, o que favorece a formação de bolhas e a expansão do material. Saeleaw, Dürrschmid e Schleining (2012) observaram o mesmo comportamento para a razão de expansão de extrusados de farinha de centeio não aromatizada.

A densidade dos extrusados variou de 0,13 a 0,85 g/cm³ (Tabela 6) ficando abaixo dos valores encontrados por Yulianiet al., (2006a) e Yuliani et al., (2006b) na extrusão de amido de milho aromatizado com d-limoneno encapsulado, e por Yuliani, Torley e Bhandari (2009) na extrusão de amido de milho aromatizado com d-limoneno não encapsulado. Por outro lado, Conti-Silva, Bastos e Arêas (2012) encontraram valores de densidade de 0,12 a 0,28 g/cm³ para a extrusão de grits de milho aromatizado, ou seja, valores de densidade menores que os encontrados no presente trabalho.

Os dados referentes à densidade dos extrusados foram submetidos à análise de regressão múltipla para ajuste do modelo quadrático e linear e a regressão para ambos os modelos foi submetida à análise de variância (ANOVA). Apenas a regressão para o ajuste do modelo linear foi significativa e encontra-se na tabela 8.

Tabela 7: Regressão múltipla para ajuste do modelo linear e análise de variância da regressão para os dados de densidade dos extrusados ($R^2 = 60,07\%$).

Fonte de variação	coeficiente	erro	t - estimativa	p-valor *
Constante	0,369	0,036	10,192	< 0,001
X₁ (umidade)	-0,039	0,040	-0,964	0,353
X₂ (temperatura)	-0,174	0,040	-4,316	0,001
X₃ (vel. Rosca)	0,001	0,040	0,039	0,970
Regressão (ANOVA)	---	---	---	0,006
Falta de ajuste	---	---	---	0,251

* valores significativos a $p \leq 0,05$

A densidade foi influenciada apenas pela temperatura de extrusão, resultando na seguinte equação:

$$y_D = 0,369 - 0,174T$$

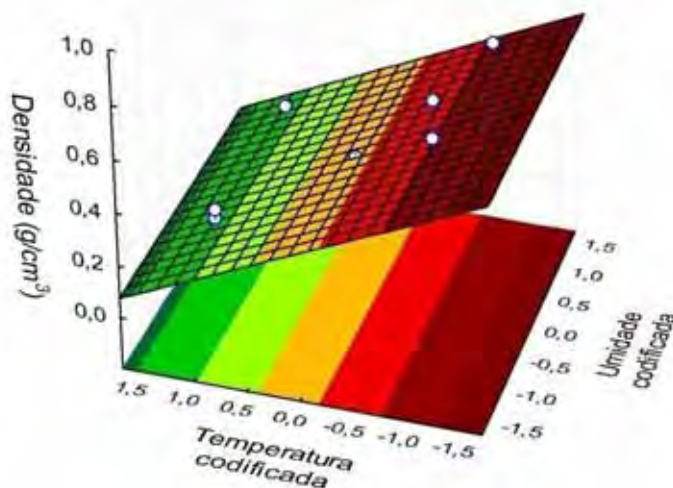
em que:

y_D = densidade

T = temperatura de extrusão codificada

A partir desta equação pôde-se construir a superfície de resposta referente ao efeito da temperatura sobre a densidade, como apresentada na Figura 4.

Figura 4: Densidade dos extrusados em função da temperatura de extrusão e da umidade da matéria-prima com velocidade de rotação da rosca de 165 rpm.



Maiores temperaturas de extrusão resultaram em extrusados menos densos, ou seja, observou-se um efeito inverso ao encontrado para razão de expansão dos extrusados. Essa relação também é observada pelo coeficiente de correlação de Pearson entre a razão de expansão e a densidade ($r = -0,952$; $p < 0,001$), indicando forte correlação negativa entre essas duas variáveis dependentes. A densidade é um parâmetro que pode ser utilizado para avaliar o grau de expansão dos extrusados, pois enquanto a razão de expansão considera apenas a seção transversal, a densidade considera a expansão em todas as direções, em se tratando de produto extrusado, uma baixa densidade é desejável (MENG et al., 2010).

O mesmo efeito da temperatura na densidade dos extrusados foi observado por Yuliani, Torley e Bhandari (2009) na extrusão de amido com d-limoneno e por Saeleaw, Dürrschmid e Schleining (2012) na extrusão farinha de centeio.

A fraturabilidade dos extrusados variou de 20,98 a 51,60 N ficando próxima da faixa de valores encontrada por Conti-Silva, Bastos e Arêas (2012) para fraturabilidade de extrusados de grits de milho aromatizado, que foi de 23,7 a 34,2.

Os dados referentes à fraturabilidade dos extrusados foram submetidos à análise de regressão múltipla para ajuste do modelo quadrático e linear e a regressão para ambos os modelos foi submetida à análise de variância (ANOVA). Apenas a regressão para o ajuste do modelo linear foi significativa e encontra-se na tabela 9.

Tabela 8: Regressão múltipla para ajuste do modelo linear e análise de variância da regressão para os dados de fraturabilidade dos extrusados ($R^2 = 61,97\%$).

Fonte de variação	coeficiente	erro	t - estimativa	p-valor *
Constante	37,905	1,661	22,815	<0,001
X₁ (umidade)	0,256	1,854	0,149	0,884
X₂ (temperatura)	-8,525	1,854	-4,599	<0,001
X₃ (vel. Rosca)	0,149	1,854	0,080	0,937
Regressão (ANOVA)	---	---	---	0,005
Falta de ajuste	---	---	---	0,618

* valores significativos a $p \leq 0,05$

A fraturabilidade foi influenciada apenas pela temperatura de extrusão, resultando na seguinte equação:

$$y_F = 37,905 - 8,525T$$

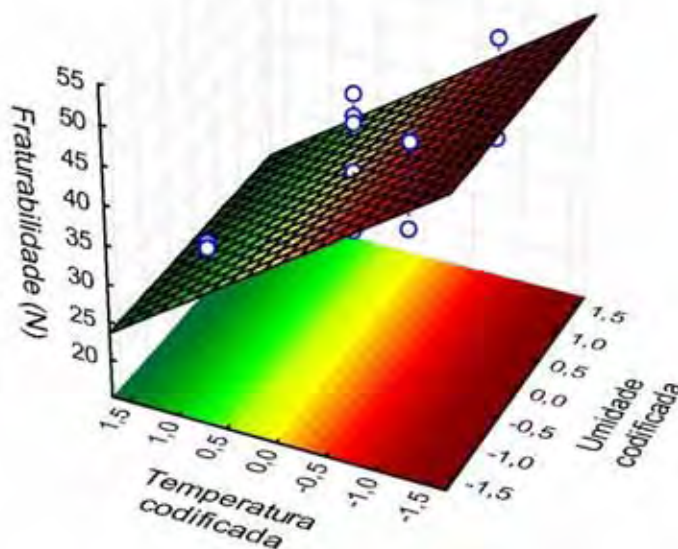
em que:

y_F = fraturabilidade

T = temperatura de extrusão codificada

A partir desta equação pôde-se construir a superfície de resposta referente ao efeito da temperatura sobre a fraturabilidade, como apresentada na Figura 5.

Figura 5:Fraturabilidade dos extrusados em função da temperatura de extrusão e da umidade da matéria-prima com velocidade de rotação da rosca de 165 rpm.



A fraturabilidade dos extrusados também sofreu apenas o efeito da temperatura de extrusão. Com o aumento da temperatura de extrusão observou-se uma diminuição na fraturabilidade dos extrusados, pois o aumento da temperatura reduz a viscosidade da massa e favorece o crescimento de bolhas, resultando em menor espessura da parede das células (Yulianiet al. 2006a).

A fraturabilidade dos extrusados correlacionou-se negativamente com a razão de expansão ($r = -0,628$; $p = 0,007$) e positivamente com a densidade ($r = 0,726$; $p = 0,001$), uma vez que extrusados mais expandidos ou de menor densidade podem apresentar uma estrutura mais frágil ou uma menor resistência mecânica (YULIANI; TORLEY; BHANDARI, 2009).

5.4 Retenção dos compostos voláteis

Os dados referentes à retenção dos compostos voláteis após a extrusão estão apresentados na Tabela 10.

A retenção dos compostos voláteis nos extrusados variou de 0 a 0,49 mg/g de extrusado para o isovaleraldeído, de 0,05 a 0,62 mg/g de extrusado para o butirato de etila, de 0 a 36,10 mg/g de extrusado para o ácido butírico e de 0,50 a 36,75 mg/g de extrusado para a retenção total dos compostos voláteis nos extrusados.

Observa-se que a maior retenção foi verificada para o ácido butírico, seguido do butirato de etila e do isovaleraldeído. Conti-Silva, Bastos e Arêas (2012) observaram o mesmo comportamento para a retenção desses mesmos compostos voláteis na extrusão de grits de milho aromatizado.

A retenção dos compostos voláteis esteve relacionada com as propriedades físico-químicas de cada composto.

A pressão de vapor é uma propriedade física relativa à volatilidade de um composto, ou seja, quanto maior a pressão de vapor desse composto, menor sua temperatura de ebulição e maior sua volatilidade. O isovaleraldeído foi o composto menos retido em todas as condições de extrusão, provavelmente por possuir uma maior pressão de vapor (4009 Pa) e um menor ponto de ebulição (92,5 °C) em relação aos demais compostos. O butirato de etila foi mais retido nos extrusados que o isovaleraldeído por possuir uma pressão de vapor menor (1510 Pa) e um ponto de ebulição maior (121,5 °C). E o ácido butírico foi o composto mais retido em todas as condições de extrusão, por possuir a menor pressão de vapor (57 Pa) dentre os três compostos, e o menor ponto de ebulição (163,7 °C).

No processo de extrusão, os voláteis são convertidos em vapor devido à queda de pressão súbita na saída da extrusora e se difundem através da massa semi-sólida, sendo que moléculas de cadeia longa tendem a ficar mais retidas no produto final por apresentarem uma difusão limitada se comparadas às moléculas de cadeia curta (BHANDARY; D'ARCY; YOUNG, 2001). No entanto, no presente trabalho, o mesmo não foi verificado. O ácido butírico, que apresenta menor cadeia molecular quando comparado aos outros dois compostos, foi o composto mais retido. Esse comportamento pode ser explicado pela menor volatilidade do ácido butírico (menor pressão de vapor e maior ponto de ebulição), promovendo uma maior difusividade deste composto pela matriz, contribuindo para um maior encapsulamento e, conseqüentemente, maior retenção.

Tabela 9: Quantidade de compostos voláteis nos extrusados.

Ensaio	Umidade (%)	Temperatura (°C)	Vel. Rosca (rpm)	Isovaleraldeído* (mg/g extrusado)	Butirato de etila* (mg/g extrusado)	Ácido butírico* (mg/g extrusado)	Retenção total (mg/g extrusado)
1	12	157	165	0,01 (0,0)	0,05 (0,0)	5,12 (7,0)	5,18
2	18	157	165	0,04 (0,0)	0,14 (0,0)	21,74 (1,9)	21,91
3	12	177	165	0,00 (0,0)	0,09 (0,0)	3,13 (1,7)	3,23
4	18	177	165	0,19 (0,1)	0,24 (0,1)	3,71 (0,4)	4,14
5	12	157	175	0,02 (0,0)	0,17 (0,1)	12,67 (7,3)	12,86
6	18	157	175	0,49 (0,0)	0,62 (0,0)	17,84 (10,9)	18,95
7	12	177	175	0,01 (0,0)	0,05 (0,0)	7,69 (0,6)	7,75
8	18	177	175	0,05 (0,0)	0,13 (0,1)	3,35 (3,4)	3,54
9	10	167	170	0,04 (0,0)	0,13 (0,0)	2,75 (0,4)	2,91
10	20	167	170	0,19 (0,0)	0,46 (0,0)	36,10 (2,0)	36,75
11	15	150	170	0,04 (0,0)	0,09 (0,0)	8,94 (1,1)	9,07
12	15	184	170	0,03 (0,0)	0,26 (0,1)	11,62 (3,9)	11,91
13	15	167	162	0,01 (0,0)	0,06 (0,0)	22,98 (6,8)	23,05
14	15	167	178	0,03 (0,0)	0,17 (0,0)	18,86 (0,2)	19,06
15	15	167	170	0,03 (0,0)	0,21 (0,0)	27,68 (0,3)	27,92
16	15	167	170	0,03 (0,0)	0,15 (0,0)	7,05 (2,9)	7,23
17	15	167	170	0,04 (0,0)	0,46 (0,0)	0,00 (0,0)	0,50

Umidade: umidade do grãos de milho em base seca; Temperatura: temperatura da 3ª zona da extrusora; Vel. Rosca: velocidade de rotação da rosca.

* Média de 2 replicatas (desvio-padrão)

As quantidades de isovaleraldeído, butirato de etila e ácido butírico retidas nos extrusados, bem como a retenção total dos compostos foram submetidas à análise de regressão múltipla para ajuste do modelo quadrático e linear e a regressão para ambos os modelos foi submetida à análise de variância (ANOVA).

A retenção do ácido butírico e a retenção total dos compostos apresentou regressão não significativa para o ajuste dos modelos quadrático e linear, indicando que as variáveis independentes não tiveram efeito sobre tais variáveis respostas. Já a retenção do isovaleraldeído apresentou regressão significativa para o ajuste linear ($p \leq 0,1$), porém verificou-se falta de ajuste do modelo ($p = 0,004$).

Com relação à retenção do butirato de etila, esta apresentou regressão significativa para o ajuste linear para $p \leq 0,1$ (Tabela 11).

Tabela 10: Regressão múltipla para ajuste do modelo linear e análise de variância da regressão para os dados de retenção do butirato de etila ($R^2 = 38,67\%$).

Fonte de variação	coeficiente	erro	t - estimativa	p-valor *
Constante	0,204	0,034	5,993	<0,001
X₁ (umidade)	0,058	0,023	2,551	0,024
X₂ (temperatura)	-0,008	0,023	-0,357	<0,727
X₃ (vel. Rosca)	0,028	0,023	1,251	0,233
Regressão (ANOVA)	---	---	---	0,086
Falta de ajuste	---	---	---	0,710

* valores significativos a $p \leq 0,1$

A retenção do butirato de etila foi influenciada apenas pela umidade da matéria-prima, resultando na seguinte equação:

$$y_{BE} = 0,204 + 0,058U$$

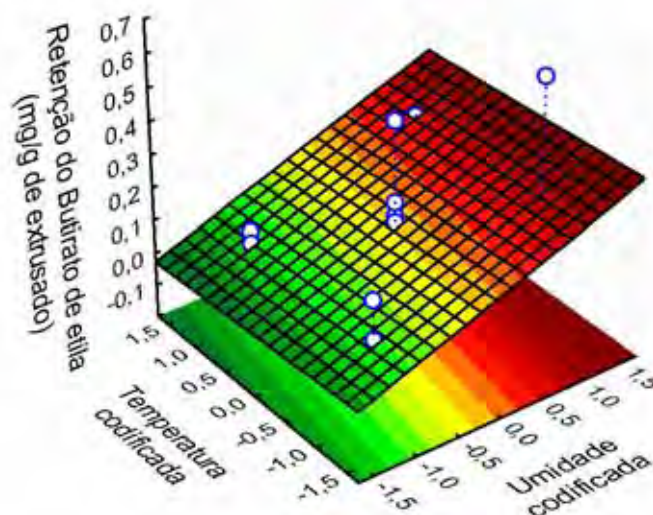
em que:

y_{BE} = quantidade de butirato de etila nos extrusados

U = umidade da matéria-prima

A partir desta equação pôde-se construir a superfície de resposta referente ao efeito da umidade da matéria-prima sobre a retenção do butirato de etila nos extrusados, como apresentada na Figura 6.

Figura 6: Retenção do butirato de etila em função da umidade da matéria-prima e da temperatura de extrusão com velocidade de rotação da rosca de 165 rpm.



A retenção do butirato de etila nos extrusados foi maior à medida que a umidade da matéria-prima aumentou. Conti-Silva, Bastos e Arêas (2012) observaram maior retenção do butirato de etila em extrusados de grits de milho sob condições de extrusão menos extremas (20% de umidade da matéria-prima e temperatura de extrusão de 90 °C), em que foi utilizada uma umidade elevada, porém uma temperatura baixa. No entanto, dos trabalhos encontrados na literatura que avaliaram o efeito das condições de extrusão sobre a retenção de aroma em extrusados utilizando a metodologia de superfície de resposta, (YULIANI et al., 2006a; YULIANI et al., 2006b; YULIANI; TORLEY; BHANDARY, 2009) nenhum deles estudou o efeito da umidade da matéria-prima sobre essa retenção, e por isso, os resultados encontrados neste estudo não puderam ser comparados com os de outros autores.

5.5 Intensidade e aceitação do aroma

Os dados referentes à intensidade do aroma presente nos extrusados estão apresentados na Tabela 12. A intensidade de aroma variou de 0,77 (muito suave a suave) a 2,00 (moderado).

Tabela 11: Intensidade e aceitação do aroma nos extrusados.

Ensaio	Umidade (%)	Temperatura (°C)	Vel. Rosca (rpm)	Intensidade do aroma*	Aceitação*	
					Escala hedônica	Escala do ideal ajustada
1	12	157	165	1,47 (0,8) ^{cde}	5,48 (1,4)	6,93 (1,8)
2	18	157	165	0,77 (0,6) ^g	5,29 (1,2)	5,73 (2,2)
3	12	177	165	1,52 (0,8) ^{bcde}	5,47 (1,6)	6,46 (1,9)
4	18	177	165	2,00 (0,8) ^a	5,00 (1,8)	6,55 (1,8)
5	12	157	175	1,33 (0,8) ^{def}	5,41 (1,6)	6,58 (2,0)
6	18	157	175	1,92 (0,8) ^{ab}	4,88 (1,8)	6,27 (2,1)
7	12	177	175	1,40 (0,7) ^{cdef}	5,67 (1,6)	6,68 (1,9)
8	18	177	175	1,81 (0,7) ^{abc}	5,23 (1,7)	6,57 (1,9)
9	10	167	170	1,53 (0,6) ^{bcde}	5,92 (1,6)	7,23 (1,8)
10	20	167	170	1,78 (0,9) ^{abcd}	5,02 (1,6)	6,52 (1,9)
11	15	150	170	1,50 (0,7) ^{bcde}	5,33 (1,5)	6,25 (1,8)
12	15	184	170	1,36 (0,7) ^{cdef}	5,45 (1,9)	6,57 (2,1)
13	15	167	162	1,29 (0,8) ^{ef}	5,44 (1,6)	6,71 (1,9)
14	15	167	178	1,38 (0,8) ^{cdef}	5,41 (1,6)	6,49 (2,0)
15	15	167	170	0,99 (0,7) ^{fg}	5,33 (1,5)	6,38 (1,9)
16	15	167	170	1,35 (0,7) ^{def}	5,39 (1,5)	6,74 (1,8)
17	15	167	170	1,48 (0,8) ^{bcde}	5,23 (1,5)	6,65 (1,9)

Umidade: umidade do grãos de milho em base seca; Temperatura: temperatura da 3^a zona da extrusora; Vel. Rosca: velocidade de rotação da rosca.

* Média de 66 replicatas (desvio-padrão)

* letras diferentes em uma mesma coluna indicam que há diferença significativa entre as amostras a $p \leq 0,05$

Os dados referentes à intensidade de aroma nos extrusados foram submetidos à análise de regressão múltipla para ajuste do modelo quadrático e linear e a regressão para ambos os modelos foi submetida à análise de variância (ANOVA). No entanto, a regressão para ambos os modelos não foi significativa, indicando que nenhuma das variáveis independentes tem efeito significativo sobre esta variável resposta. Por isso, as médias de intensidade de aroma foram comparadas estatisticamente, verificando-se que a maior e a menor intensidade do aroma foram observadas nos ensaios 4 e 2, respectivamente (Tabela 12), justamente os valores extremos de intensidade. As condições de extrusão do ensaio 4 e do ensaio 2 diferem apenas na temperatura de extrusão, sendo 177 e 157°C, respectivamente, indicando que o aumento na temperatura resultou em maior intensidade de aroma.

As médias de aceitação do aroma por meio da escala hedônica variaram de 4,88 (ensaio 6) a 5,92 (ensaio 9), ficando entre “desgostei levemente” e “gostei levemente” do aroma.

Os dados referentes à aceitação do aroma por escala hedônica também foram submetidos à análise de regressão múltipla para ajuste do modelo quadrático e linear e a regressão para ambos os modelos foi submetida à análise de variância (ANOVA). A regressão para o ajuste do modelo quadrático foi significativa e encontra-se na Tabela 13.

Tabela 12: Regressão múltipla para ajuste do modelo quadrático e análise de variância da regressão para os dados de aceitação do aroma por escala hedônica ($R^2 = 89,83\%$).

Fonte de variação	coeficiente	erro	t - estimativa	p-valor *
Constante	5,325	0,068	77,815	<0,001
X₁ (umidade)	-0,230	0,032	-7,163	<0,001
X₂ (temperatura)	0,037	0,032	1,166	0,282
X₃ (vel. Rosca)	-0,007	0,032	-0,229	0,826
X₁*X₁	0,025	0,035	0,708	0,502
X₂*X₂	-0,003	0,035	-0,091	0,930
X₃*X₃	0,009	0,035	0,258	0,804
X₁*X₂	-0,024	0,042	-0,566	0,589
X₁*X₃	-0,039	0,042	-0,092	0,387
X₂*X₃	0,114	0,042	2,709	0,030
Regressão (ANOVA)	---	---	---	0,009
Falta de ajuste	---	---	---	0,299

* valores significativos a $p \leq 0,05$.

A aceitação do aroma por escala hedônica foi influenciada pelo termo linear da umidade da matéria-prima e pela interação da temperatura de extrusão com a velocidade de rotação da rosca, resultando na seguinte equação:

$$y_{HE} = 5,325 - 0,230U + 0,114T * V$$

em que:

y_{HE} = Aceitação do aroma por escala hedônica

U = Umidade do grãos de milho codificada

T = Temperatura de extrusão codificada

V = Velocidade de rotação da rosca codificada

A partir desta equação puderam-se construir as superfícies de resposta referentes à aceitação do aroma dos extrusados por escala hedônica, como as apresentadas nas Figuras 7 e 8.

Figura 7: Aceitação do aroma por escala hedônica em função da temperatura de extrusão e da umidade da matéria-prima com velocidade de rotação da rosca de 165 rpm.

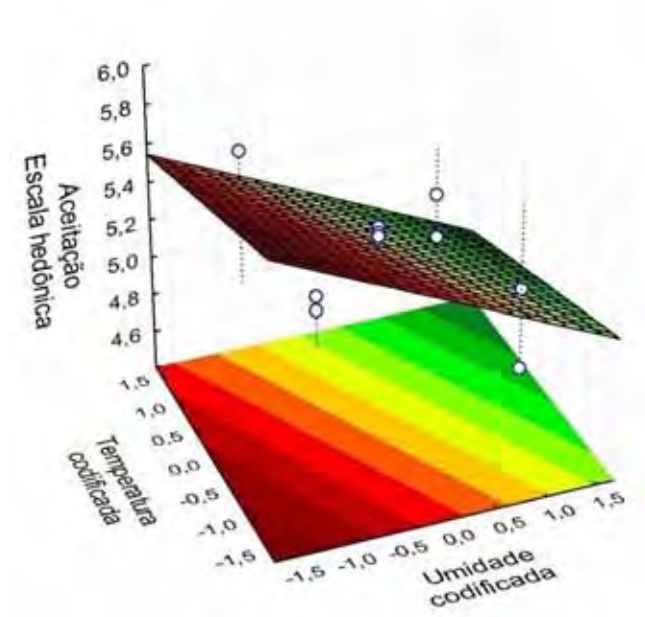
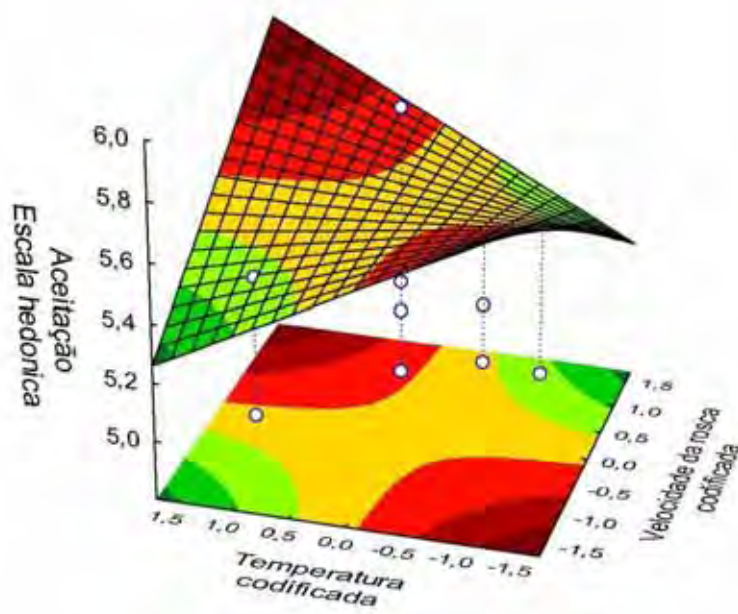


Figura 8: Aceitação do aroma por escala hedônica em função da velocidade da rosca e da temperatura de extrusão com umidade da matéria-prima de 12%.



A redução da umidade da matéria-prima resultou no aumento da aceitação do aroma dos extrusados pelos julgadores (Figura 6). Um aumento na aceitação do aroma dos extrusados também foi observado com o aumento da velocidade da rosca a altas temperaturas e com a redução da temperatura de extrusão a baixa velocidade da rosca (Figura 7).

Os valores de ideal para a intensidade de aroma variaram de 5,73 (ensaio 2) a 7,23 (ensaio 9) (Tabela 12). Na escala do ideal ajustada, o valor 9 indica a “intensidade ideal” para a característica avaliada, sendo que quanto mais distante do valor 9, menos ideal está a intensidade desta característica, independente de menos ou mais intenso do que o ideal.

Os valores de ideal para intensidade do aroma foram também submetidos à análise de regressão múltipla para ajuste do modelo quadrático e linear e a regressão para ambos os modelos foi submetida à análise de variância (ANOVA). A regressão para o ajuste do modelo quadrático foi significativa, para $p \leq 0,1$, e encontra-se na Tabela 14.

Tabela 13: Regressão múltipla para ajuste do modelo quadrático e análise de variância da regressão para os valores de ideal de intensidade do aroma ($R^2 = 77,96\%$).

Fonte de variação	coeficiente	erro	t - estimativa	p-valor *
Constante	6,600	0,128	51,368	<0,001
X₁ (umidade)	-0,199	0,060	-3,306	0,013
X₂ (temperatura)	0,094	0,060	1,563	0,162
X₃ (vel. Rosca)	0,004	0,060	0,073	0,944
X₁*X₁	0,065	0,066	0,984	0,358
X₂*X₂	-0,099	0,066	-1,491	0,180
X₃*X₃	-0,032	0,066	-0,480	0,646
X₁*X₂	0,186	0,079	2,362	0,050
X₁*X₃	0,086	0,079	1,094	0,310
X₂*X₃	0,006	0,079	0,079	0,939
Regressão (ANOVA)	---	---	---	0,098
Falta de ajuste	---	---	---	0,431

* valores significativos a $p \leq 0,1$.

Os valores de ideal de intensidade do aroma foram influenciados pelo termo linear da umidade da matéria-prima e pela interação da umidade da matéria-prima com a temperatura de extrusão, resultando na seguinte equação:

$$y_{II} = 6,6 - 0,199U + 0,186U*T$$

em que:

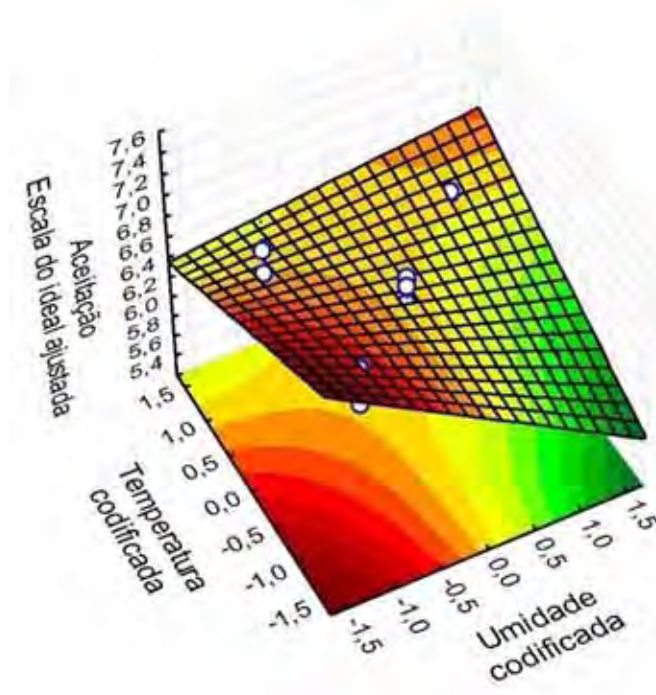
y_{II} = valores de ideal de intensidade do aroma

U = Umidade do grãos de milho codificada

T = Temperatura de extrusão codificada

A partir desta equação pôde-se construir a superfície de resposta referente à aceitação da intensidade do aroma dos extrusados pela escala do ideal ajustada, como apresentada na Figura 9.

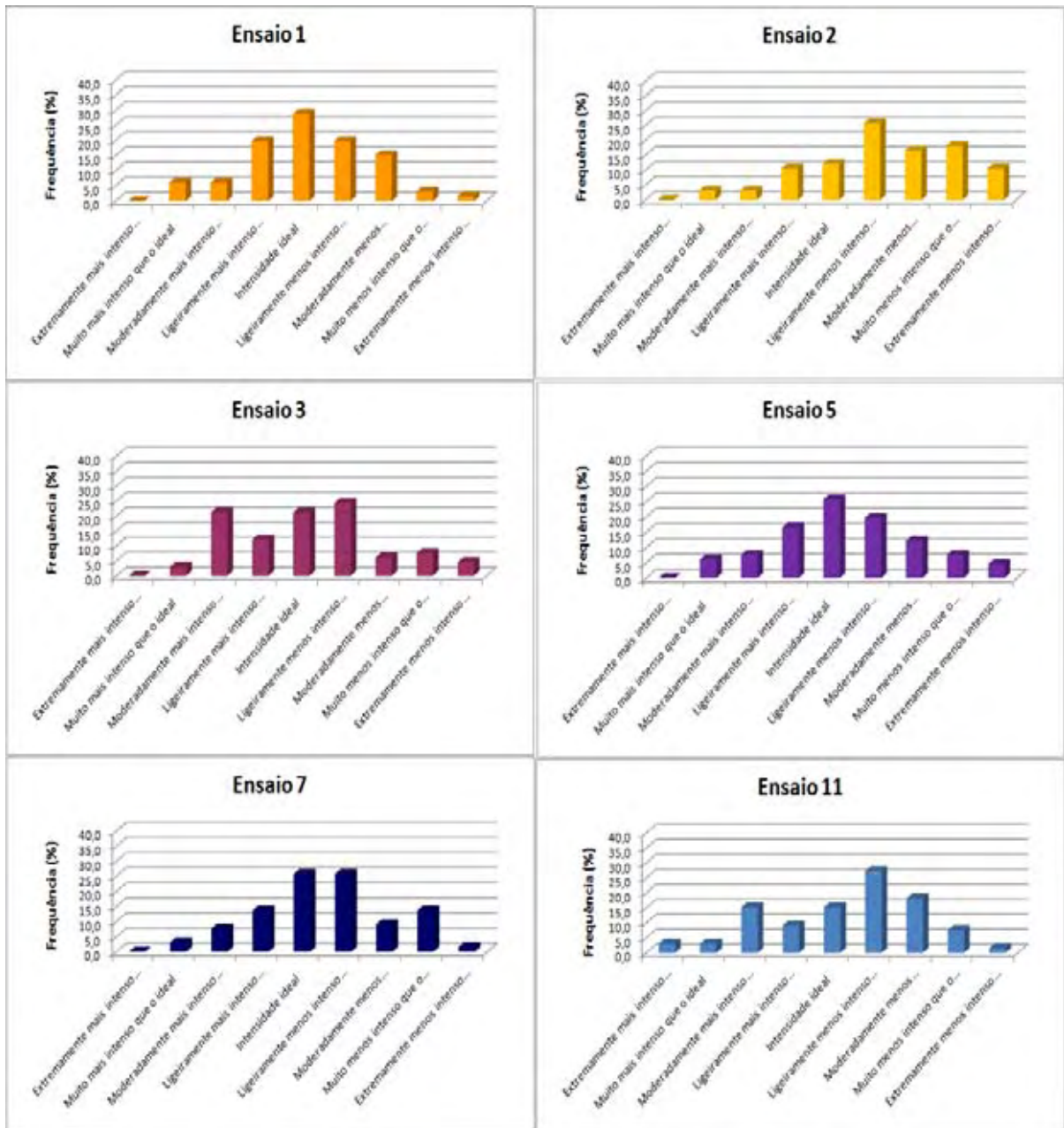
Figura 9: Aceitação do aroma pela escala do ideal ajustada em função da temperatura e da umidade da matéria-prima com velocidade de rotação da rosca de 165 rpm.



O aumento da temperatura de extrusão a umidades elevadas resultou em extrusados com intensidade do aroma mais próxima da ideal, sendo que, os valores de intensidade mais próximos do ideal foram observados com a redução da umidade a baixa temperatura.

Doze ensaios apresentaram extrusados com maior frequência para categorias “abaixo do ideal” (Figura 10), enquanto que apenas as amostras de quatro ensaios apresentaram maior frequência para categorias “acima do ideal” (Figura 11) e com destaque para a amostra do ensaio 6 que apresentou 24,2% de notas moderadamente mais intenso que o ideal.

Figura 10: Extrusados cuja intensidade de aroma esteve mais frequentemente “abaixo do ideal”.



continua...

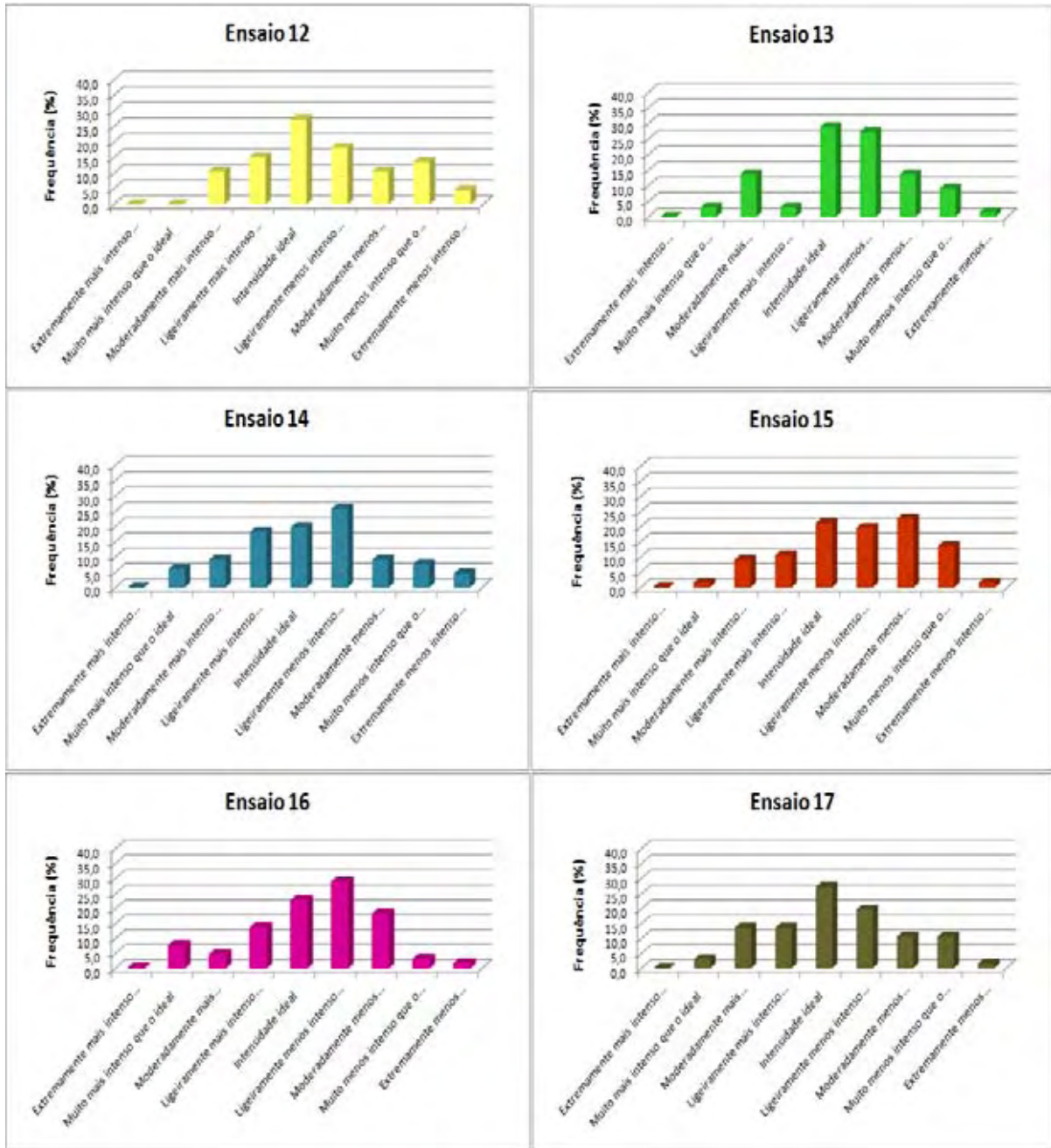
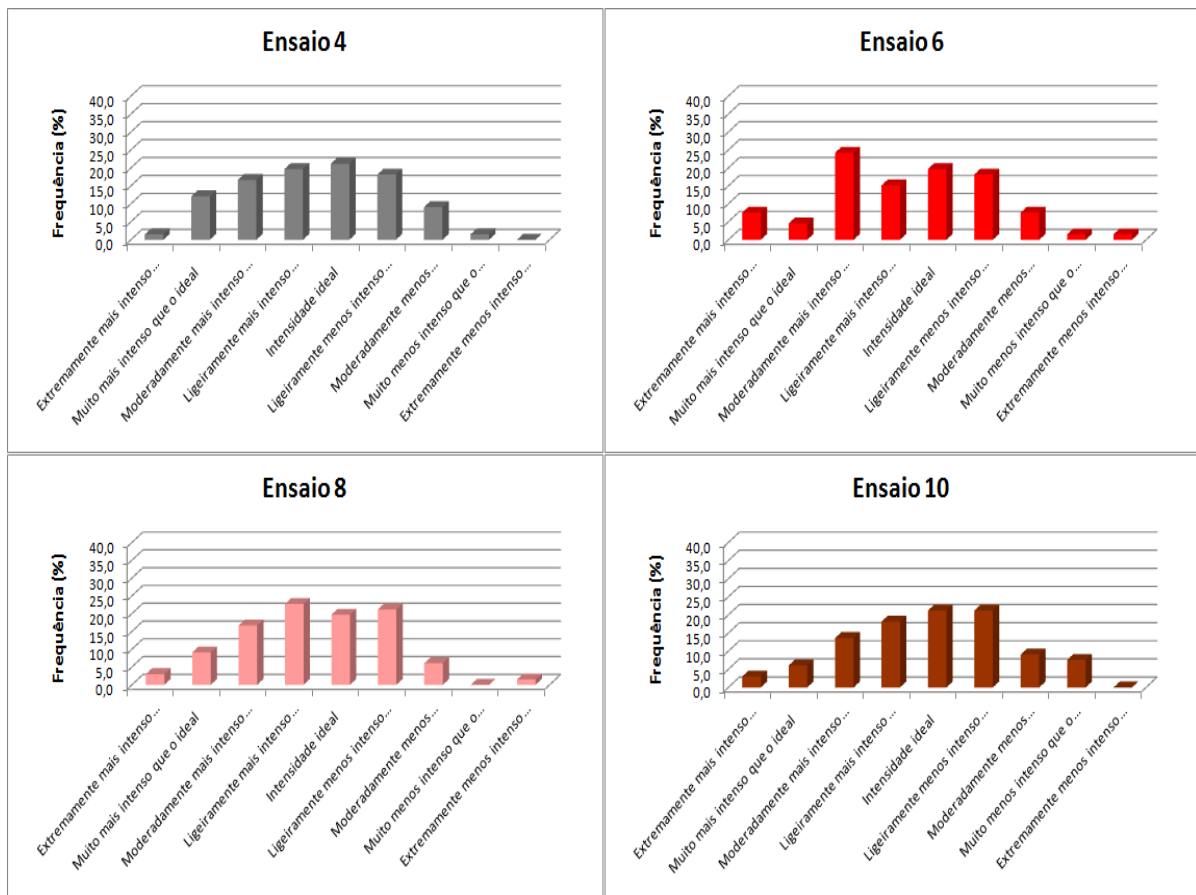


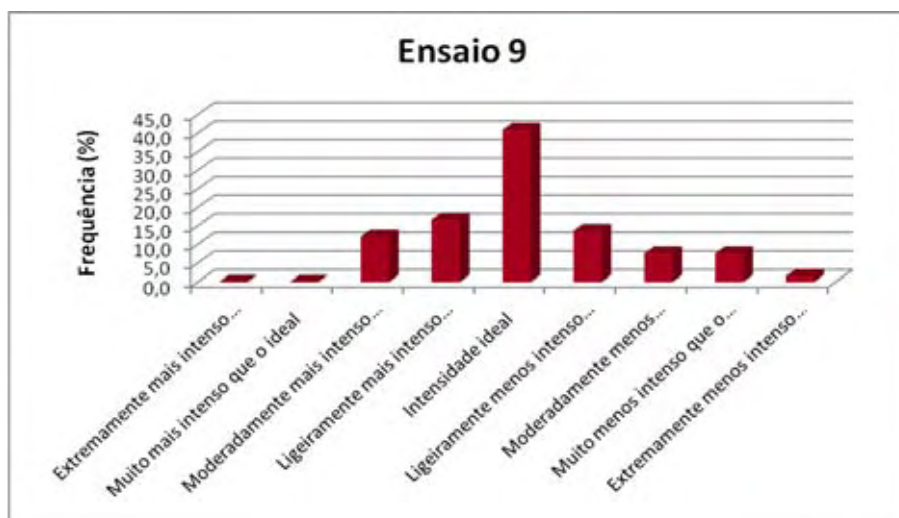
Figura 11: Extrusados cuja intensidade de aroma esteve mais frequentemente “acima do ideal”.



A amostra do ensaio 9 foi a amostra que obteve a maior frequência de notas de intensidade ideal (41%) (Figura 12), no entanto, para que essa amostra fosse considerada com intensidade de aroma ideal deveria ter a frequência de notas de intensidade ideal de pelo menos 70% (MINIM, 2006).

Interessante observar também que os extrusados deste mesmo ensaio 9 apresentam valores para os parâmetros estruturais adequados, como alta razão de expansão, baixa densidade e fraturabilidade (Tabela 6).

Figura 12:Extrusado com maior frequência para “intensidade ideal” de aroma.



Houve correlação positiva entre a quantidade de isovaleraldeído e a intensidade do aroma dos extrusados, embora a correlação não seja considerada forte, pois o coeficiente de correlação de Pearson esteve abaixo de 0,7 (Tabela 15). De qualquer forma, essa correlação indica que o aumento na retenção de isovaleraldeído analisado instrumentalmente por cromatografia a gás acoplada ao espectrômetro de massa também foi percebido de forma sensorial.

Houve correlação negativa forte entre a quantidade dos compostos isovaleraldeído e de butirato de etila e a aceitação do aroma por meio da escala hedônica (Tabela 15), pois quando tais voláteis estão presentes em menores quantidades, a aceitação pelos extrusados é maior, indicando que a menor retenção desses voláteis após a extrusão foi um fator positivo para a aceitação dos produtos.

Essa correlação negativa corrobora os resultados relacionados ao efeito da umidade sobre a retenção do butirato de etila e aceitação sensorial pela escala hedônica, pois a diminuição da umidade da matéria-prima diminuiu a retenção do butirato (Figura 6) e aumentou a aceitação sensorial (Figura 7).

Tabela 14: Correlação entre a retenção dos compostos voláteis e as avaliações sensoriais.

Variáveis	Coefficiente de Pearson	p-valor
Quantidade de isovaleraldeído Intensidade de aroma	0,594	0,012
Quantidade de isovaleraldeído Escala hedônica	-0,713	0,001
Quantidade de butirato de etila Escala hedônica	-0,703	0,002

6 Conclusão

A temperatura de extrusão tem efeito significativo sobre os parâmetros estruturais, sendo que o aumento da temperatura aumenta a razão de expansão dos extrusados e diminui a densidade e a fraturabilidade dos mesmos.

A umidade da matéria-prima possui efeito significativo sobre a retenção de alguns compostos voláteis nos extrusados, sendo que o aumento da umidade eleva a retenção do butirato de etila.

A aceitação do aroma por escala hedônica foi dependente da umidade da matéria-prima e da interação da temperatura de extrusão com a velocidade de rotação da rosca, sendo que os extrusados mais aceitos foram aqueles processados com menores umidades ou em condições de temperatura de extrusão e velocidade da rosca elevadas ou ainda de baixa temperatura e baixa velocidade da rosca.

Quanto à aceitação da intensidade do aroma pela escala do ideal, esta sofreu influência da umidade da matéria-prima e da temperatura de extrusão, sendo que intensidades do aroma mais próximas do ideal foram observadas em condições de baixa temperatura de extrusão e baixa umidade da matéria-prima. Além disso, o extrusado obtido nas condições de 10% de umidade, 167 °C de temperatura e 170 rpm de velocidade de rotação da rosca (ensaio 9) apresentou maior frequência para a categoria “intensidade ideal de aroma” (50%), sendo, portanto, o extrusado com intensidade de aroma mais próxima do ideal.

Não houve efeito das condições de extrusão na intensidade de aroma avaliada sensorialmente.

Para o equipamento utilizado neste estudo e o intervalo das variáveis independentes estudado, a utilização de temperaturas de extrusão mais elevadas e menores teores de umidade da matéria-prima proporciona a obtenção de extrusados de grits de milho aromatizado com parâmetros estruturais adequados e boa aceitação sensorial.

7 Referências bibliográficas

ABIMILHO. Associação Brasileira das Indústrias do Milho. Disponível em: <http://www.abimilho.com.br/estatistica/producao_mundial>. Acesso em: 10 dez. 2012.

AOAC. **Official methods of analysis of AOAC International**: método oficial 925.10. 16. ed., v. 2. Gaithersburg: 1997.

ARÊAS, J. A. G. Extrusion of food proteins. **Critical Reviews Food Science Nutrition**, Boca Raton, v.32, n. 4, p. 365-392, 1992.

ARÊAS, J. A. G. Interações moleculares do amido durante o processo de extrusão. **Boletim da Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 30, n. 1, p. 28-30, 1996.

ARÊAS, J. A. G.; CAPRILES, V. D.; ARAÚJO, R. S. R. M.; BATISTUTI, J. P.; CARDOSO-SANTIAGO, R. A.; COELHO, K. D.; CHAVEZ-JAUREGUI, R. N.; BOMBO, A. J.; SILVA, A. C. C.; CARDENAS, T. C. **Farinha para fabricação de gêneros alimentícios, solução aromatizante livre de gordura vegetal hidrogenada para fabricação de gêneros alimentícios, tipo biscoito**. 2005. Patente: Privilégio de Inovação nº 0502694-6.

ARVISENET, G.; LE BAIL, P.; VOILLEY, A.; CAYOT, N. Influence of physicochemical interactions between amylose and aroma compounds on the retention of aroma in food-like matrices. **Journal Agricultural Food Chemistry**, Easton, v. 50, n. 24, p. 7088-7093, 2002.

ARVISENET, G.; VOILLEY, A.; CAYOT, N. Retention of aroma compounds in starch matrices: competitions between aroma compounds toward amylase and amylopectin. **Journal Agricultural Food Chemistry**, Easton, v. 50, n. 25, p. 7345-7349, 2002.

BARROS-NETO, B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Como fazer experimentos: pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. 4. ed., Porto Alegre: Bookman, 2010. 414 p.

BHANDARI, B.; D'ARCY, B.; YOUNG, G. Flavour retention during high temperature short time extrusion cooking process: a review. **International Journal of Food Science Technology**, Oxford, v. 36, n. 5, p. 453-461, 2001.

BOWER, J. A.; BOYD, R. Effect of health concern and consumption patterns on measures of sweetness by hedonic and just-about-right scales. **Journal of Sensory Studies**, Westport, v. 18, n. 3, p. 235-248, 2003.

BOX, G. E. P.; DRAPER, N. R. **Empirical model-building and response surfaces**. New York: John Wiley & Sons, 1987. 669 p.

CAMIRE, M. E. Protein functionality modification by extrusion cooking. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, Chicago, v. 68, n. 3, p. 200-205, 1991.

CAMIRE, M. E.; BELBEZ, E. O. Flavor formation during extrusion cooking. **Cereal Foods World**, Minneapolis, v. 41, n. 9, p. 734-736, 1996.

CAMPANELLA, O. H.; LI, P. X.; ROSS, K. A.; OKOS, M. R. The role of rheology in extrusion. In: WELTI-CHANES, J.; BARBOSA-CÁNOVAS, G. V.; AGUILERA, J. M. (Eds.), **Engineering And Food For The 21st Century**. Boca Raton: CRC Press, 2002. p. 393-413

CAPRILES, V. D.; SOARES, R. A. M.; ARÊAS, J. A. G. Development and assessment of acceptability and nutritional properties of a light snack. **Ciência e Tecnologia Alimentos**, Campinas, v. 27, n. 3, p. 787-792, 2007.

CHÁVEZ-JÁUREGUI, R. N.; SILVA, M. E. M. P.; ARÊAS, J. A. G. Extrusion cooking process for amaranth (*Amaranthus caudatus* L.). **Journal of Food Science**, v. 65, n. 6, p. 1009-1015, 2000.

CHOUDHURY, G. S.; GAUTAM, A. Screw configuration effects on macroscopic characteristics of extrudates produced by twin-screw extrusion of rice flour. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 64, n. 3, p. 479-487, 1999.

CONTI-SILVA, A. C.; BASTOS, D. H. M.; ARÊAS, J. A. G. The effects of extrusion conditions and the addition of volatile compounds and flavour enhancers to corn grits on the retention of the volatile compounds and texture of the extrudates. **International Journal of Food Science and Technology**, Oxford, v. 47, n. 9, p. 1896-1902, 2012.

EMBRAPA. Agroindústria de Alimentos. Processo de extrusão de alimentos: Aspectos tecnológicos para o desenvolvimento e produção de alimentos para consumo humano e animal. Rio de Janeiro, 2011.

FELLOWS, P. J. **Tecnologia do processamento de alimentos: princípios e práticas**. 2. ed., Porto Alegre: Artmed, 2006. 602 p.

FRANK, D.C.; OWEN, C.M.; PATTERSON, J. Solid phase microextraction (SPME) combined with gas-chromatography and olfactometry-mass spectrometry for characterization of cheese aroma compounds. **Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie-Food Science and Technology**, London, v. 37, n. 2, p. 139-154, 2004.

FRANK, D.; O'RIORDAN, P.; ZABARAS, D.; VARELIS, P. Cheddar cheese volatile profiling using dynamic headspace and gas chromatography-mass spectrometry olfactometry. **Australian Journal of Dairy Technology**, Highett, v. 61, n. 2, p. 105-107, 2006.

GOGUS, F.; OZEL, M.Z.; LEWIS, A.C. Analysis of the volatile components of Cheddar cheese by direct thermal desorption GCxGC-TOF/MS. **Journal of Separation Science**, Weinheim, v. 29, n. 9, p. 1217–1222, 2006.

GONÇALVES, R. A.; SANTOS, J. P.; TOMÉ, P. H. F.; PEREIRA, R. G. F. A.; ASCHERI, J. L. R.; ABREU, C. M. P. Rendimento e composição química de cultivares de milho em moagem a seco e produção de *grits*. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v. 27, n. 3, p. 643-650, 2003.

HARPER, J. M. Extrusion processing of food. **Food Technology**, Chicago, v.32, n. 7, p. 67-72, 1978.

HEYHOE, T. C. **Method of manufacturing an expanded, extruded food product**. US Patent 6,146,679. 14 de Nov. 2000.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. 3.ed., v. 1. São Paulo: O Instituto Adolfo Lutz, 1985. 533 p.

KINSELLA, J. E. Texturized proteins: fabrication, flavoring and nutrition. **CRC Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, Philadelphia, v.10, n. 2, p. 147-207, 1978.

KOLLENGODE, A. N. R.; HANNA, M. A. Cyclodextrin complexed flavors retention in extruded starches. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 62, n. 5, p. 1057-1060, 1997.

KOLLENGODE, A. N. R.; HANNA, M. A.; CUPPETT, S. Volatiles retention as influenced by method of addition during extrusion cooking. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 61, n. 5, p. 985-989;1079, 1996.

Lide, D.R. **CRC Handbook of Chemistry and Physics: A Ready-Reference Book of Chemical and Physical Data**, 78th edn. Boca Raton, FL: CRC Press, 1997. 2512p.

MACRAE, R.; ROBINSON, R. K.; SADLER, M. J.; EDITORES. **Encyclopedia of food science, food technology and nutrition**. v. 3. London: Academic Press; 1993. p. 1709.

MEILGAARD, M.; CIVILLE, G. V.; Carr, B. T. **Sensory evaluation techniques**. 3. ed., Boca Raton: CRC Press, 1999. 390 p.

MENG, X.; THREINEM, D.; HANSEN, M.; DRIEDGER, D. Effects of extrusion conditions on system parameters and physical properties of a chickpea flour-based snack. **Food Research International**, Barking, v. 43, n. 2, p. 650-658, 2010.

MINIM, V. P. R. **Análise sensorial: estudos com consumidores**. Viçosa: UFV, 2006. 225 p.

MONTGOMERY, D. C.; RUNGER, G. C. **Estatística aplicada e probabilidade para engenheiros**. 4. ed., Rio de Janeiro: LTC, 2009. 493 p.

O'RIORDAN, P.J.; DELAHUNTY, C.M. Characterisation of commercial Cheddar cheese flavour.2: study of Cheddar cheese discrimination by composition, volatile compounds and descriptive flavour assessment. **International Dairy Journal**, Barking, v. 13, n. 9, p. 371–389, 2003.

ORDOÑEZ, J. A. **Tecnologia de Alimentos**. v. 1. Porto Alegre: Artmed, 2005, 294 p.

PALKERT, P. E.; FAGERSON, I. S. Determination of flavor retention in pre-extrusion flavored textured soy protein. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 45, n. 3, p. 526-528;533, 1980.

PAULA, A. M.; CONTI-SILVA, A. C. Correlação entre análise sensorial e instrumental da textura de “snacks” extrusados. Projeto de Iniciação Científica, FAPESP (processo 2011/08492-4).

REIFSTECK, B. M.; JEON, I. J. Retention of volatile flavors in confections by extrusion processing. **Food Reviews International**, New York, v. 16, n. 4, p. 435-452, 2000.

SAELEAW, M.; DÜRRSCHMID, K.; SCHLEINING, G. The effect of extrusion conditions on mechanical-sound and sensory evaluation of rye expanded snack. **Journal of Food Engineering**, Essex, v. 110, n. 4, p. 532-540, 2012.

SINGH, S.; GAMLATH, S.; WAKELING, L. Nutritional aspects of food extrusion: a review. **International Journal of Food Science Technology**, Oxford, v. 42, n. 8, p. 916-929, 2007.

VERNAZA, M. G.; CHANG, Y. K.; STEEL, C. J. Efeito do teor de farelo de maracujá e da umidade e temperatura de extrusão no desenvolvimento de cereal matinal funcional orgânico. **Brazilian Journal of Food Technology**, Campinas, v. 12, n. 2, p. 145-154, 2009.

YULIANI, S.; BHANDARI, B.; RUTGERS, R.; D'ARCY, B. Application of microencapsulated flavor to extrusion product. **Food Reviews International**, New York, v. 20, n. 2, p. 163-185, 2004.

YULIANI, S.; TORLEY, P. J.; D'ARCY, B.; NICHOLSON, T.; BHANDARI, B. Extrusion of mixtures of starch and D-limonene encapsulated with β -cyclodextrin: Flavour retention and physical properties. **Food Research International**, Barking, v. 39, n. 3, p. 318-331, 2006a.

YULIANI, S.; TORLEY, P. J.; D'ARCY, B.; NICHOLSON, T.; BHANDARI, B. Effect of extrusion parameters on flavour retention, functional and physical properties of mixtures of

starch and D-limonene encapsulated in milk protein. **International Journal of Food Science and Technology**, Oxford, v. 41, n. 2, p. 83-94, 2006b.

YULIANI, S.; TORLEY, P. J.; BHANDARI, B. Physical and processing characteristics of extrudates made from starch and *d*-limonene mixtures. **International Journal of Food Properties**, New York, v. 12, n. 3, p. 482-495, 2009.

ANEXO 1 - Parecer do Comitê de Ética em Pesquisa



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de São José do Rio Preto



PARECER CONSUBSTANCIADO PROJETO DE PESQUISA

IDENTIFICAÇÃO

Nome do pesquisador: Michele Eliza Cortazzo Menis
Departamento: Engenharia e Tecnologia de Alimentos
Instituição: Unesp – São José do Rio Preto
Projeto: "Aromatização pré-extrusão e estudo das condições de extrusão na retenção de aroma e nos parâmetros de textura em extrusados de grits de milho".
Protocolo: 0014.0.229.000-11

PARECER nº. 050/11

A pesquisadora apresenta projeto que objetiva a adição pré extrusão de compostos voláteis e estudo das condições de extrusão nos parâmetros de textura e retenção de aroma de extrusados de grits de milho.

A extrusão termoplástica é muito utilizada na panificação, cereais matinais, snacks, alimentos instantâneos, sopas, saladas entre outros. Este processo envolve o aumento da temperatura (120 – 200°C), desnaturização das proteínas e gelatinização do amido. Depois da saída do equipamento a diferença de pressão faz com que ocorra evaporação da água presente na massa super aquecida, formando vacúolos e expansão do material longitudinalmente, endurecendo e formando uma rede tridimensional contínua do polímero, dando a textura desejada. No entanto, este processo faz com que os compostos voláteis sejam perdidos, o que reduz a qualidade aromática do produto. Técnicas utilizadas para a aromatização do produto no final da extrusão utilizam grande quantidade de lipídeos, o que o mercado atual analisa na hora da escolha do produto. A presente proposta sugere o estudo das variáveis envolvidas no processo, sendo as independentes as controláveis provenientes do equipamento tais como regulagem da rosca, velocidade, dimensões do orifício de saída. Este método estatístico leva em conta a resposta das variáveis independentes sobre uma ou mais variáveis dependentes como a textura e o aroma do produto, considerando a melhor resposta em termos do produto final entre outros atributos com melhor elasticidade e aroma.

O projeto foi apresentado adequadamente de forma bastante objetiva, contemplando todos os itens exigidos pelo Comitê. A metodologia é bastante clara e a bibliografia foi apresentada corretamente. A amostra para análise do aroma do produto constará de 100 indivíduos da comunidade deste Instituto. O Termo de Consentimento Livre e Esclarecido atende aos critérios da resolução, e a pesquisadora se compromete a divulgar os dados da pesquisa.

Embora a pesquisadora não tenha trabalhos publicados em revistas científicas da área, ela já participou de projetos e sua orientadora é altamente qualificada.

Tendo em vista o exposto, este CEP declara por:

APROVADO

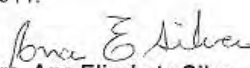
- COM PENDÊNCIA, máximo de 60 dias para atendimento
 RETIRADO
 NÃO APROVADO
 APROVADO, aguardar apreciação final da CONEP

Datas previstas para apresentação dos relatórios

1º relatório: junho/2012 2º relatório: junho/2013

Obs.: Para facilitar a apresentação do relatório poderá seguir como orientação o roteiro no site http://www.ibilce.unesp.br/instituicao/comissoes/etica/arquivos/Roteiro_02.doc

São José do Rio Preto, 15 de junho de 2011.


Prof. Dra. Ana Elizabete Silva
Coordenadora do CEP

ANEXO 2-Termo de Consentimento Livre e Esclarecido

(Conselho Nacional de Saúde, Resolução 196/96)

Você está sendo convidado a participar como voluntário do projeto de pesquisa “Aromatização pré-extrusão e estudo das condições de extrusão na retenção de aroma e nos parâmetros de textura em extrusados de grits de milho” sob responsabilidade da pesquisadora Michele Eliza Cortazzo Menis. O estudo será realizado através de análises sensoriais de extrusados de grits de milho (“snacks”) para a avaliação sensorial quanto à intensidade de aroma e aceitação deste produto. A pesquisa oferecerá risco mínimo à sua saúde, pois os produtos serão avaliados apenas com relação ao aroma e os compostos voláteis que serão utilizados são compostos presentes naturalmente em alimentos e que não possuem alergenicidade. Você poderá consultar a pesquisadora responsável em qualquer época, pessoalmente ou pelo telefone da instituição, para esclarecimento de qualquer dúvida. Você está livre para, a qualquer momento, deixar de participar da pesquisa. Todas as informações por você fornecidas e os resultados obtidos serão mantidos em sigilo, e estes últimos só serão utilizados para divulgação em reuniões e revistas científicas. Você será informado de todos os resultados obtidos, independentemente do fato destes poderem mudar seu consentimento em participar da pesquisa. Você não terá quaisquer benefícios ou direitos financeiros sobre os eventuais resultados decorrentes da pesquisa. No caso de eventual problema de saúde (efeito adverso) decorrente de sua participação nos testes sensoriais, você será encaminhado à Seção Técnica de Saúde (UNAMOS), situado à Rua Cristóvão Colombo, 2265 – Jardim Nazareth – São José do Rio Preto/SP – Telefones (17) 3221.2415 – 3221.2416 – 3221.2485. Este estudo é importante porque seus resultados fornecerão informações sobre a retenção de aroma de extrusados de grits de milho aromatizados pelo método de aromatização pré-extrusão.

Diante das explicações, se você concorda em participar deste projeto, por favor, coloque sua assinatura a seguir e forneça os dados solicitados.

Nome: _____ R.G. _____
 Endereço: _____ Fone: _____
 e-mail: _____

_____, _____ de _____ de 2012.

 Usuário ou responsável legal

 Pesquisador responsável

OBS.: Termo apresenta duas vias, uma destinada ao usuário ou seu representante e a outra ao pesquisador.

Nome: Michele Eliza Cortazzo Menis.	Cargo/Função: Aluna da pós-graduação (Mestrado).
Instituição: Departamento de Engenharia e Tecnologia de Alimentos/IBILCE/UNESP	
Endereço: Rua Cristóvão Colombo, 2265 – Jd. Nazareth – São José do Rio Preto/SP	
Projeto submetido ao Comitê de Ética em Pesquisa do IBILCE/UNESP São José do Rio Preto – fone 17-3221.2456 / 3221.2317	

APÊNDICE 1 – Informações do *site* da ABIMILHO

Oferta e Demanda Mundial do Milho - 2011/2012

Suprimento			Consumo			Estoque Final
Estoque Inicial	Produção	Importação	Forragem	Total	Exportação	
125,0	865,0	93,2	509,0	867,3	96,6	122,7

Fonte: USDA abril/12, em milhões de toneladas.

Produção Mundial do Milho - 2011/2012

Classificação	País	Produção	%
1	Estados Unidos	313.918	36,3%
2	China	191.750	22,2%
3	EU-27	64.524	7,5%
4	Brasil	62.000	7,2%
5	Ucrânia	22.500	2,6%
6	Índia	21.500	2,5%
7	Argentina	21.500	2,5%
8	México	19.000	2,2%
9	África do Sul	11.500	1,3%
10	Canadá	10.700	1,2%
11	Nigéria	8.700	1,0%
12	Indonésia	8.700	1,0%
13	Filipinas	7.139	0,8%
14	Rússia	6.680	0,8%
15	Sérvia	6.267	0,7%
16	Egito	5.500	0,6%
17	Vietnam	5.400	0,6%
18	Etiópia	4.400	0,5%
19	Tailândia	4.300	0,5%
20	Malawi	3.900	0,5%
	Outros	65.095	7,5%

Fonte: USDA abril/12, em milhões de toneladas.