

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA «JÚLIO DE MESQUITA FILHO»
FACULDADE DE CIÊNCIAS AGRONÔMICAS
CÂMPUS DE BOTUCATU

**AVALIAÇÃO DE PARÂMETROS RELACIONADOS À EXPANSÃO DE
FÉCULA DE MANDIOCA ÁCIDO-MODIFICADA E IRRADIADA
COM ULTRAVIOLETA**

ORTÊNCIA LEOCÁDIA GONZALEZ DA SILVA NUNES

Tese apresentada à Faculdade de Ciências
Agronômicas da UNESP - Câmpus de Botucatu,
para obtenção do título de Doutor em
Agronomia - Área de Concentração em
Energia na Agricultura.

BOTUCATU - SP

Setembro - 1999

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA "JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
FACULDADE DE CIÊNCIAS AGRONÔMICAS
CAMPUS DE BOTUCATU

**AVALIAÇÃO DE PARÂMETROS RELACIONADOS À
EXPANSÃO DE FÉCULA DE MANDIOCA ÁCIDO-
MODIFICADA E IRRADIADA COM ULTRAVIOLETA**

ORTÊNCIA LEOCÁDIA GONZALEZ DA SILVA NUNES

Orientadora: Profª Drª MARNEY PASCOLI CEREDA

REPRODUÇÃO
AUTORIZADA

Tese apresentada à Faculdade de Ciências
Agronômicas da UNESP – Campus de
Botucatu, para obtenção do título de
Doutor em Agronomia – Área de
Concentração Energia na Agricultura.

2210004439



BOTUCATU – SP
Setembro – 1999



FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA SEÇÃO DE AQUISIÇÃO E TRATAMENTO
DA INFORMAÇÃO
DIRETORIA DE SERVIÇO DE BIBLIOTECA E DOCUMENTAÇÃO - FCA
UNESP - LAGRADO - BOTUCATU (SP)

N972a Nunes, Ortência Leocádia Gonzales da Silva
Avaliação de parâmetros relacionados à expansão
de fécula de mandioca ácido-modificada e irradiada com
ultravioleta / Ortência Leocádia Gonzales da Silva
Nunes. -- Botucatu, 1999
vii, 77 f. : il. color. (1 p&b) ; 28 cm

Tese (doutorado) -- Universidade Estadual Paulista,
Faculdade de Ciências Agrônômicas, Botucatu, 1999
Orientador: Marney Pascoli Cereda
Bibliografia: f. 57-65

1. Fécula de mandioca modificada - Ácido láctico -
Radiação ultravioleta - Parâmetros 2. Fécula de man-
dioca modificada - Secagem artificial 3. Polvilho
azedo - Produção I. Título

CDD(21) 664.23

Palavras-chave: Fécula fermentada; Polvilho azedo; Radiação;
Ultravioleta; Ácido láctico; Mandioca; Secagem.

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA "JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
FACULDADE DE CIÊNCIAS AGRONÔMICAS
CÂMPUS DE BOTUCATU

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

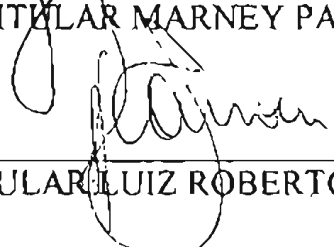
**TÍTULO: "AVALIAÇÃO DE PARÂMETROS RELACIONADOS À EXPANSÃO DE
FÉCULA DE MANDIOCA ÁCIDO-MODIFICADA E IRRADIADA COM
ULTRA VIOLETA"**

ALUNO: ORTÊNCIA L.G. DA SILVA NUNES

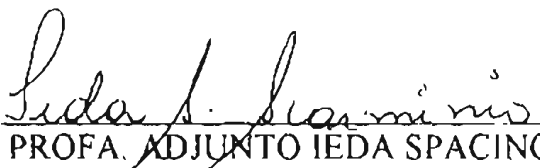
ORIENTADOR: PROFA. TITULAR MARNEY PASCOLI CEREDA

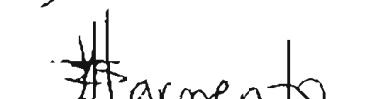
Aprovado pela Comissão Examinadora:


PROFA. TITULAR MARNEY PASCOLI CEREDA


PROF. TITULAR LUIZ ROBERTO CARROCI


DR. OLIVIER VILPOUX


PROFA. ADJUNTO IEDA SPACINO SCARMINIO


PROFA. DRA. SILENE BRUDER S. SARMENTO

Data da Realização: 10 / setembro / 1999.

*Esse trabalho é resultado da persistência
e vontade de vencer.*

*Dedico à Prof^a Marney,
mentora da idéia inicial, orientadora e amiga.*

*Dedico também aos produtores de polvilho azedo,
que ainda hoje secam seu polvilho ao sol!*

Ao Tadeu e Lorena, companheiros da minha caminhada.

AGRADECIMENTOS

- À Prof^ª Dr^ª Marney Pascoli Cereda pela orientação e amizade;
- À Prof^ª Dr^ª Ieda Spacino Scarminio pela orientação no planejamento experimental;
- Ao Prof. Dr. Luiz Roberto Carrocci da UNESP – Campus de Guaratinguetá pelo projeto e construção do secador tipo Flash-dryer;
- Ao Prof. Dr. Dinival Martins do Departamento de Ciências Ambientais da UNESP – Campus de Botucatu pelas informações sobre radiação ultravioleta;
- À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pela concessão da bolsa de Doutorado e auxílios de Reservas Técnicas que possibilitaram a realização deste trabalho;
- Ao Técnico de Laboratório Luiz Henrique Urbano pela colaboração na realização das análises físico-químicas e de qualidade;
- À Prefeitura Municipal de Santa Helena no apoio prestado durante a realização dessa Tese;
- À Técnica de Laboratório Eliane Tilvitz pela colaboração na realização das análises microbiológicas;
- Ao Dr. Dermânio Tadeu Lima Ferreira pelas sugestões e auxílio durante a realização deste trabalho;

SUMÁRIO

	Página
RESUMO	01
SUMMARY	03
1 INTRODUÇÃO	05
2 REVISÃO DE LITERATURA	07
3 MATERIAL E MÉTODOS	26
3.1 Equipamentos	27
3.2. Matéria-prima	27
3.3. Variáveis	30
3.4. Análises realizadas	33
3.4.1. pH	33
3.4.2. Acidez tituável	33
3.4.3. Umidade	33
3.4.4. Nitrogênio bruto	34
3.4.5. Lipideo	34
3.4.6. Amido	34
3.4.7. Amilose	34
3.4.8. Cinza	35
3.4.9. Fibra	35
3.4.10. Granulometria (% retida expressa em peso)	35
3.4.11. Volume específico	35

3.4.12. Volume da pasta de amido	36
3.4.13. Transparência do gel	37
3.4.14. Viscoelasticidade do gel	37
3.4.15. Consistência do gel	38
3.4.16. Análises microbianas	38
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	39
4.1. Caracterização da amostra	52
4.2. Caracterização microbiológica	55
4.3. Viscosidade da pasta	56
4.4. Transparência, consistência e viscoelasticidade do gel	60
5 CONCLUSÃO	65
6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	67
7 APÊNDICE	76

LISTA DE QUADROS

Quadro	Página
1. Valores de expansão das amostras com cargas 0,1, 0,2 e 0,4 kg/m ² , comparando com a amostra padrão seca ao sol por 8 horas e amostra seca à sombra.....	24
2. Valores de expansão das amostras submetidas aos intervalos de radiação 5, 10, 20, 30 e 60 minutos.....	25
3. Variáveis selecionadas, carga, dosagem de ácido láctico, umidade da amostra ao ser irradiada e sequência de tratamento, para a realização do ensaio final em fécula de mandioca ácido-lático modificada.....	31
4. Matriz do planejamento fatorial completo 2 ⁴ com ponto central, referente às variáveis carga, dosagem de ácido láctico, umidade da amostra ao ser irradiada e sequência de tratamento em fécula ácido láctico modificada.....	32
5. Estimativa dos efeitos do ensaio de otimização dos parâmetros carga A, dosagem de ácido láctico B, teor de umidade C, sequência de tratamento D.....	42
6. Volume específico dos biscoitos em função da carga, dosagem de ácido láctico, umidade da amostra ao ser irradiada e sequência de tratamento.....	45
7. Faixa granulométrica das amostras com 5, 25 e 45% de umidade que sofreram ou não pré-secagem em secador tipo "Flash-dryer".....	48
8. Quadro da análise de variância.....	51
9. Caracterização físico-química e expansão da amostra experimental.....	53
10. Porcentagem de material retido nas peneiras (Tyler), abertura em mm, da amostra experimental.....	54
11. Análise microbiológica da amostra experimental, comparando-se com os limites da legislação.....	
12. Pontos críticos de viscosidade Brabender da amostra experimental.....	57
13. Transparência do gel de fécula a 7% (p/v) expressa em absorbância à 645 nm, da amostra experimental.....	61
14. Valores médios de volume específico referentes ao ensaio 1 em função da faixa de UV, energia de radiação e revolvimento do material.....	79

15. Variáveis avaliadas no ensaio 2, em fécula acidificada com ácido láctico, considerando a energia de radiação, altura das lâmpadas, umidade das amostras ao serem irradiadas e dosagem de ácido láctico.....	80
16. Matriz do planejamento fatorial completo 2^4 referente ao ensaio 2.....	81
17. Valores médios de volume específico do ensaio 2 em função da energia de radiação, altura de lâmpada, umidade das amostras e dosagem de ácido láctico.....	82
17. Estimativa dos efeitos do ensaio 2. As variáveis são altura A, quantidade de energia de radiação B, umidade C, ácido láctico D. I = média das respostas.....	84
18. Análise de variância referente ao ensaio 2.....	85
19. Variáveis avaliadas no ensaio 3 em fécula de mandioca acidificada, relacionando energia de radiação e dosagem de ácido láctico.....	86
21. Matriz do planejamento fatorial completo 2^2 com ponto central.....	86
22. Valores médios de volume específico em função da quantidade de energia de radiação ultravioleta e concentração de ácido láctico.....	87

LISTA DE FIGURAS

Figura	Página
1. Mesa de tratamento por UV, mostrando calha com sistema refletor e 5 lâmpadas de 30 W (A), regulagem da altura da calha (B) usada para fécula de mandioca acidificada com ácido láctico.....	28
2. Secador tipo "flash-dryer" usado na pré-secagem e secagem final das amostras de fécula acidificada com ácido láctico.....	29
3. Aspecto geral de amostras de fécula acidificada antes e após passar pelo secador "flash-dryer".....	49
4. Valores experimentais e curva de tendência referente às expansões obtidas em fécula ácido-lático modificada e irradiada com ultravioleta.....	51
5. Viscogramas a 7% da amostra experimental.....	58
6. Transparência do gel da amostra experimental, a quente e a frio.....	62
7. Consistência da amostra experimental, a frio.....	63
8. Viscoelasticidade da amostra experimental, gel a quente (0 hora) e a frio (24 horas depois).....	64

RESUMO

A secagem tradicional do polvilho azedo é feita ao sol, sobre superfície de estrados ou bandejas ou de forma rudimentar, em terreiro de terra batida coberto por lona. Esse sistema, por depender exclusivamente das condições climáticas, limita o aumento de produção, exige numerosa mão-de-obra, proporciona produto com qualidade desuniforme, sujeito a contaminações e perdas provocadas pelo vento.

Os ensaios prévios cujos resultados se encontram no Apêndice permitiram fixar o tipo e altura de lâmpada ultravioleta, a quantidade de energia irradiada e a necessidade de revolvimento do material.

O presente trabalho teve por objetivo avaliar em conjunto os parâmetros anteriormente selecionados, acrescentando novas variáveis como carga, dosagem de ácido láctico, umidade da amostra a ser irradiada e seqüência de tratamento da amostra em fécula de mandioca ácido-lático modificada. Empregou-se a metodologia de superfície de resposta para avaliar a amplitude de ação dos fatores selecionados sobre o volume específico

dos biscoitos assados. Para o tratamento sob ultravioleta utilizou-se um conjunto de cinco lâmpadas com radiação na faixa de UV-C, proporcionando um total de 150 J/s numa área de 0,4 m². As seqüência de tratamento adotadas foram: radiação ultravioleta seguida por secagem em “flash-dryer” e secagem em “flash-dryer” seguido por ultravioleta. Foram estudadas 3 teores de umidade: 5, 25 e 45%; 3 tipos de cargas: 1,0, 2,0 e 3,0 kg/m² e 3 dosagens de ácido láctico: 1,0, 1,5 e 2,0 g/100 de fécula em matéria seca.

Os fatores, dosagem de ácido láctico, umidade da amostra ao ser irradiada e seqüência de tratamento da amostra proporcionaram efeitos positivos na expansão dos biscoitos assados, enquanto que o fator carga proporcionou efeito negativo

A maior expansão dos biscoitos, 14,5 mL/g, foi obtida com a energia de radiação de 90 kJ em 0,4 m², carga de 1,0 kg/m² e concentração de ácido láctico de 2 g/100 g de fécula, umidade de 45%. Esta expansão foi obtida empregando a seqüência de tratamento secador tipo “flash-dryer” seguido de radiação ultravioleta. No ponto central, com a mesma energia radiante, carga de 2,0 kg/m², concentração de ácido láctico de 1,5 g/100 g de fécula, umidade de 25% obtida na mesma seqüência de tratamento, a expansão média foi de 12,6 mL/g. Esses volumes específicos são classificados como de grande expansão e estão entre os valores encontrados em fécula fermentada comercial.

SUMMARY

THE EVALUATION OF THE PARAMETER RELATED TO THE EXPANSION OF THE ACID MODIFIED CASSAVA STARCH AND THE IRRADIATION WITH ULTRAVIOLET.

Botucatu, 1999. p. Tese (Doutorado em Agronomia/Energia na Agricultura) – Faculdade de Ciências Agronômicas, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”.

Author: ORTÊNCIA LEOCÁDIA GONZALEZ DA SILVA NUNES

Adviser: MARNEY PASCOLI CEREDA

The traditional drying process of the sour cassava starch is made in the sun, on platforms, trays or in a rudimentary way, in a yard of beaten earth covered by canvas. This system limits the growth of the production, because it depends exclusively on the climatic conditions, it demands numerous labor, providing a product with a non-uniform quality, subjected to contaminations and losses caused by the wind.

The results of the previous rehearsal found in the index allowed us to fix the type and the height the ultraviolet lamp, the amount of the irradiated energy and the revolving process of the material.

The actual work had as its main purpose to evaluate the following parameters: the type of ultraviolet radiation, the amount of energy, the height of the lamps, the revolving process of the material, the load, the dosage of the lactic acid, the humidity of the sample to be irradiated and the sequence of treatment of the modified lactic acid in the cassava starch sample. The methodology of answer surface was used to evaluate the width of the action of the selected factors on the specific volume of the baked biscuits. For the ultraviolet treatment was used a set of five lamps with radiation in the range of UV-C, providing a total of 150 J/s in an area of 0,4 m². The adopted sequences of treatment were: ultraviolet radiation followed by a "flash-dryer" method of drying and the "flash dryer" process followed by ultraviolet. Three different rates of the humidity content were studied: 5,25 e 45%, three types of load: 1,0, 2,0 e 3,0 kg/m² and three dosages of lactic acid: 1,0, 1,5 e 2,0 g/100 g of starch in dried material.

The dosage factors of the lactic acid, the humidity of the sample when irradiated and the pulverization of the sample provided positive effects in the expansions of the baked biscuits, while the load factor provided negative effect.

The major expansion of the biscuits, 14,5 ml/g, was obtained with 90 kJ of energy in 0,4 m², load of 1,0 kg/m² and concentration of lactic acid 2,0g/100g of starch, the humidity was of 45%. This expansion was obtained by the sequence of treatment: "flash-dryer" plus ultraviolet radiation. In the central point, load of 2,0kg/m², with the same radiant energy, load of 2,0 kg/m², lactic acid concentration of 1,5g/100g of starch, humidity of 25% obtained in the same sequence of treatment, the expansion was 12,6ml/g.

1 INTRODUÇÃO

O polvilho azedo é uma fécula de mandioca com propriedades especiais, elaborado em todos os países da América Latina, exceto na Venezuela.

A secagem ao sol do conteúdo de um tanque de polvilho com capacidade para 2 toneladas de fécula úmida, requer 1000 a 1500 m² de superfície, considerando a carga de 1,3 a 2,0 kg/m²/8 horas. A secagem do produto é normalmente feita sobre superfície de estrados ou bandejas que podem ser metálicas, jiraus de bambu trançado ou telado de arame, sobre os quais estendem-se panos brancos ou plástico preto. O armazenamento do polvilho úmido pode torná-lo azulado e prejudicar seu poder de expansão, característica peculiar e indispensável ao produto. Outro processo menos utilizado é a secagem em terreiros de terra batida e revestido de plástico preto. Neste caso, uma pessoa é suficiente para revolver o polvilho, utilizando para isto um rodo com a borracha cortada em forma de dentes largos. Neste caso porém, as condições higiênicas são precárias.

No Brasil, normalmente, a secagem ao sol se processa em torno de um dia (8 horas) no verão e em até dois no inverno. A secagem em jiraus exige numerosa mão-de-obra para o esfarelamento do polvilho entre as mãos e recolhimento imediato em caso de chuvas ou ventos fortes. A operação é trabalhosa e limita o processo de produção.

A tentativa de secar o polvilho artificialmente através de fornos ou secadores de fécula como o “flash-dryer”, sem qualquer exposição ao sol, resulta em produto com pequena expansão. Pesquisas mostraram que a reação responsável pela propriedade de expansão decorre da exposição da fécula de mandioca acidificada com ácido láctico submetida à radiação ultravioleta. O processo fotoquímico altera as propriedades funcionais do produto.

Partindo dessa premissa, o presente trabalho teve por objetivo estudar os parâmetros relacionados no tratamento com radiação ultravioleta em fécula modificada com ácido láctico, como base para o desenvolvimento de um processo de secagem artificial do polvilho azedo, utilizando a metodologia de superfície de resposta. Trata-se de uma técnica de otimização baseada no emprego de planejamentos fatoriais e a modelagem é feita ajustando-se modelos lineares ou quadráticos a resultados experimentais.

2 REVISÃO DE LITERATURA

Atualmente, em indústrias de fécula de mandioca, o “leite” que sai da centrífuga ou dos decantadores centrífugos é conduzido ao filtro rotativo a vácuo, de tambor revestido de lona apropriada, e de onde é retirado com 45% de umidade, ocorrendo portanto, uma pré-secagem. Em seguida, a secagem é completada em secador pneumático, tipo “flash-dryer”, utilizado para produtos com aspecto granular, flocoso. No secador, a fécula recebe o ar quente a 100-110 °C, ou mais, soprado por fortes ventiladores, através de radiadores. O ar aquecido conduz o produto através da zona de secagem para dentro da seção de separação. A secagem é em corrente paralela e a recuperação da fécula é feita em ciclones que abastecem a moega do dispositivo de ensacamento. Embora a temperatura do ar seja superior a 100 °C, não ocorre gomificação nem dextrinização, porque a umidade da fécula que entra no secador é de 45% e a velocidade de secagem é muito rápida. No final do percurso a umidade do material está em torno de 12 a 13% (Ciaccio & Cruz, 1988).

Diferentemente da fécula, para o polvilho azedo ainda não existe um secador artificial. A secagem tradicional é feita ao sol sobre jiraus de bambu trançado ou arame cobertos com panos brancos ou plástico preto, ou em terreiro de terra batida, revestido com plástico preto. Para diminuir a granulação e melhorar a eficiência da secagem, nos jiraus, o polvilho é revolvido e esfarelado periodicamente entre as mãos. No terreiro, utiliza-se rodo de madeira revestido com uma borracha cortada na forma de dentes (Cereda, 1987). Em qualquer um dos casos, a área de secagem é fator limitante para o aumento da produção. Vilpoux (1994) propôs uma equação para calcular a área de secagem em metros quadrados, multiplicando-se a quantidade de raízes processadas por dia em toneladas, pelo fator 485,03. Através dessa equação, o empresário pode calcular qual a área de expansão a ser prevista, quando decidir aumentar sua produção de polvilho azedo.

Para avaliar a qualidade do polvilho azedo através da propriedade de expansão dos biscoitos assados, Cereda (1983) estabeleceu uma formulação básica utilizando o polvilho, gordura vegetal, sal e volume de água conforme a umidade da amostra. Nunes et al (1994) adaptaram a metodologia de Cereda (1983) e a análise foi realizada em aparelho farinógrafo-resistógrafo Brabender, definindo a consistência de 40 UF (Unidades Farinográficas). Esses mesmos autores desenvolveram uma metodologia rápida de expansão, sem necessidade de utilizar o farinógrafo, utilizando apenas polvilho azedo e água fervente até obter consistência adequada para modelar bolinhas que foram assadas em forno pré-aquecido. A medida de expansão foi determinada através do volume específico, definido pela razão entre volume e massa. Os índices de expansão definidos por Nunes et al (1994) foram : pequeno (< 5 mL/g), médio (5 a 10 mL/g) e grande (> 10 mL/g).

A grande desvantagem da secagem solar do polvilho azedo é que o produto fica à mercê das condições atmosféricas e qualquer ameaça de chuva exige seu recolhimento imediato. Em indústrias de médio a grande porte, há necessidade de se empregar numerosa mão-de-obra. Além desses inconvenientes, ocorrem perdas de polvilho azedo levado pelo vento, ou ainda contaminação por poeira, insetos e outras partículas que comprometem a qualidade do produto que é avaliada em nível de laboratório, através de análise microbiana, presença de impurezas, água absorvida e volume específico dos biscoitos ao forno (expansão). Este último é o mais importante, sendo fundamental na confecção dos biscoitos doces e salgados (Cereda, 1983a; Cereda, 1983b; Cereda, 1987; Cereda & Nunes, 1992; Westby & Cereda, 1994; Cereda et al, 1995).

Os primeiros estudos com o objetivo de comprovar a necessidade da secagem ao sol foram desenvolvidos por Cereda & Nunes (1989)¹. No trabalho foi utilizado polvilho azedo produzido na Indústria Caribé, no município de Conceição dos Ouros, MG, com 28 dias de fermentação. O melhor resultado de expansão foi 10,69 mL/g obtido no polvilho azedo seco previamente em secador tipo "flash-dryer" e que recebeu radiação solar das 9:30 às 17:00 h. As amostras secas à sombra, ao sol das 15:30 às 17:00 h, complementada com secagem à sombra, e ao sol das 15:00 às 17:00 h, complementada com secagem artificial em secador de fécula, apresentaram valores de 4,38, 4,42 e 5,96 mL/g, respectivamente. Esse ensaio possibilitou confirmar os relatos dos produtores que afirmaram ser a radiação solar imprescindível no processo de produção do polvilho azedo e, verificou-se também, que a

¹ CEREDA, M.P., NUNES, O.L.G.S. *Definição de parâmetros de fermentação e secagem para industrialização do polvilho azedo*. Botucatu: Departamento de Tecnologia dos produtos Agropecuários, Faculdade de Ciências Agronômicas, UNESP, 1989. 80p. (Relatório Técnico I).

quantidade de radiação foi importante para a obtenção de polvilho azedo com característica de expansão.

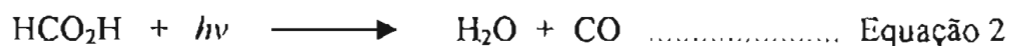
O espectro da radiação solar está dividido em três regiões principais: a ultravioleta, caracterizada por radiação menor que 400 nm; a visível, de 400 a 700 nm e a infravermelho, maior que 700 nm (Klar, 1984). A radiação ultravioleta divide-se em UV-A, UV-B e UV-C. A primeira é composta de raios de 320 a 400 nm, UV-B, com comprimento de onda de 290 a 320 nm e a UV-C varia de 290 a 100 nm (Scalco, 1993 e Hyppolito et al, 1993). Segundo Phillips (1963), a luz que é absorvida pela molécula é a que efetivamente produz uma alteração química. A absorção da energia radiante nas regiões do espectro do visível e ultravioleta depende do número e arranjo dos elétrons nas moléculas ou íons absorventes. Quando a molécula absorve luz, a energia na molécula aumenta na equivalência de energia de um fóton. As mudanças ocorrem na ordem de 100 Kcal/mol na energia eletrônica, na energia vibracional cerca de 5 Kcal/mol e na energia rotacional 0,02 Kcal/mol. Com a absorção da luz UV, a molécula pode passar para um nível eletronicamente excitado. A absorção seletiva entre os compostos orgânicos está relacionada à deficiência de elétrons na molécula. Compostos totalmente saturados não mostram absorção seletiva e compostos que contêm uma dupla ligação absorvem fortemente no UV afastado (Ewing, 1972).

Segundo Harrison et al (1959) citado por Phillips (1963) existe uma forte absorção da radiação ultravioleta pela água. A reação de fotólise é apresentada a seguir:



onde $h\nu$ é a radiação ultravioleta. Thiele (1907) também citado por Phillips (1963) distinguiu duas reações durante a irradiação com ultravioleta em soluções de ácido fórmico. A primeira, uma fotólise direta do ácido fórmico e a segunda, um ataque indireto pelo hidrogênio e

hidroxila formados também pela fotólise da água. A reação de fotólise do ácido fórmico é apresentada a seguir:



Plata-Oviedo (1991) estudando os efeitos das modificações ácidas em fécula de mandioca seca ao sol concluiu que a secagem solar proporciona mudanças irreversíveis, principalmente de natureza química que favorecem a propriedade de expansão em polvilho azedo. A fécula de mandioca modificada com ácido láctico 0,3% por 10 minutos e seca em estufa produziu biscoitos com volume específico baixos, 3,10 mL/g. Porém após reumidificação e posterior secagem solar, apresentou um aumento considerável, 7,78 mL/g. Este material ao ser novamente reumidificado e seco em estufa não apresentou alterações na propriedade de expansão. O biscoito elaborado com esta fécula apresentou volume específico de 7,90 mL/g.

Plata-Oviedo & Camargo (1994) estudaram a propriedade de expansão do polvilho azedo. Uma amostra foi seca por dois processos diferentes: ao sol e em estufa a 45 °C. Para obter informações sobre a natureza da propriedade de expansão, a fécula fermentada seca ao sol foi submetida à lavagem com água, extração tipo Soxhlet com metanol e com acetona (95%) e mudanças no pH. O efeito destes tratamentos sobre a expansão foi avaliado através da prova de elaboração de “biscoitos”. A expansão do polvilho azedo seco ao sol foi de 19,6 mL/g; entretanto, polvilho azedo seco em estufa apresentou valores muito pequenos, 5,2 mL/g. Amostras secas ao sol foram lavadas com água ou submetidas à extração Soxhlet com metanol ou com acetona (95%). Na primeira, a expansão foi de 18,5 mL/g, na segunda, 16,72 mL/g e na terceira, 18,42 mL/g. Esses resultados sugerem que as substâncias solúveis (ácidos orgânicos, etc) removidas pelo solvente não foram responsáveis pela

propriedade de expansão. As mudanças causadas pela secagem solar devem ser responsáveis pela expansão, sendo irreversíveis e de natureza química. Acredita-se que a radiação solar catalisou a formação de ligações químicas entre os metabólicos da fermentação, principalmente ácidos orgânicos, e a fécula. Entretanto, essas ligações foram facilmente danificadas pelo tratamento alcalino brando, incapaz de modificar a estrutura do grânulo da fécula. No mesmo experimento, quando o pH natural do polvilho azedo de 3,8 foi alterado para 7,0, ocorreu diminuição na expansão, 11,7 mL/g. O mesmo não ocorreu quando o pH 3,8 foi aumentado para 5,1, pois a expansão foi 19,73 mL/g. O tratamento alcalino (NaOH a pH 9,7 por 5 h com neutralização do pH para 7,0 do polvilho azedo seco ao sol causou maior redução da expansão, 8,1 mL/g. No estudo viscoamilográfico, o polvilho azedo seco ao sol apresentou valores menores de pico de viscosidade, estabilidade de cozimento do gel e retrogradação a 30 °C, quando comparado com o polvilho azedo seco em estufa. O pico de viscosidade (620 UA) do polvilho azedo com pH 3,8 diminuiu progressivamente nos pH 5,1 (515 UA) e pH 7,0 (350 UA). A queda no pico de viscosidade não pode ser atribuída à ação de enzimas amilolíticas remanescentes da fermentação uma vez que o polvilho azedo fermentado seco em estufa não apresentou alterações no pico de viscosidade com a variação do pH de 3,8 para 5,1 e 7,0.

Os primeiros ensaios em polvilho azedo empregando lâmpadas especiais que proporcionassem radiações na faixa do infravermelho, visível e ultravioleta foram realizados por Cereda & Nunes (1990)² com o objetivo de comparar a secagem padrão ao sol com processos artificiais em lâmpada e estufa. Partiu-se de fécula com 44 dias de

² CEREDA, M.P., NUNES, O.L.G.S. *Definição de parâmetros de fermentação e secagem para industrialização do polvilho azedo*. Botucatu: Departamento de Tecnologia dos Produtos Agropecuários, Faculdade de Ciências Agrônômicas, UNESP, 1990. 41p. (Relatório Técnico 2).

fermentação realizada em laboratório. Os resultados mostraram que a melhor expansão foi conseguida na fécula seca ao sol, 14,95 mL/g. Artificialmente, o tratamento com 28 horas de radiação ultravioleta e revolvimento manual, totalizando 7 vezes, foi o processo que apresentou melhor expansão, 10,98 mL/g, porém diferiu pouco de 10,02 mL/g apresentado pela amostra submetida a 8 h de irradiação, sem revolvimento. As lâmpadas com radiação infravermelho, assim como os sistemas de aquecimento quando usados isoladamente, proporcionaram pouca expansão, apresentando os piores valores 5,36 mL/g para 8 h de estufa a 60 °C e 4,84 mL/g para 8 h de infravermelho.

Cereda & Nunes (1991a)³ realizaram ensaios utilizando radiação ultravioleta (UV) natural, proporcionada por lâmpadas, com o propósito de avaliar o efeito de gases e ácidos orgânicos sobre a fécula de mandioca. Além do gás carbônico (G) e a mistura CO₂/H₂ (GM), foram avaliadas suas associações com os ácidos orgânicos (A) lático, acético e butírico, os mais representativos nas amostras de polvilho azedo de Minas Gerais. A fécula obtida dos tratamentos foi dividida em duas partes iguais e submetida a dois tipos de secagem. 1) secagem ao sol (S) com exposição das amostras por aproximadamente 8 h, correspondendo ao processo tradicional e 2) secagem sob lâmpada UV (L) por 24 h. A amostra testemunha fermentou por 40 dias a 15 °C (condições da fermentação em Conceição dos Ouros, MG) e foi seca ao sol. Os resultados mostraram que o tratamento com ácidos orgânicos alterou a qualidade da fécula, que por sua vez foi bastante afetada pela forma de secagem. A amostra A-L, com 10,17 mg/g de ácidos orgânicos, principalmente lático, 9,90 mg/g, apresentou expansão de 9,09 mL/g, acompanhada de sabor forte e desagradável. Essa característica não

³CEREDA, M.P., NUNES, O..L.G.S. *Parâmetros de fermentação da fécula de mandioca e sua influência sobre a qualidade. Efeito dos gases (gás carbônico e hidrogênio) e ácidos orgânicos (lático, acético e butírico)*. Botucatu: Departamento de Tecnologia dos Produtos Agropecuários, Faculdade de Ciências Agrônômicas, UNESP, 1991a. 101p. Relatório apresentado à FAPESP, Processo nº 89/3314-5.

foi encontrada na amostra A-S, com teor de ácido láctico igual a 0,54 mg/g e expansão de 10,31 mL/g. A combinação de ácidos e gases, CO_2 ou CO_2/H_2 , aumentou a expansão dos biscoitos, expressa em mL/g, A+ G-S (10,62), A+G-L (11,48), A+GM-S (11,99) e A+GM-L (12,88). Este último resultado foi comparável à testemunha (12,47). O arraste pelos gases, observado pela perda parcial de acidez e na análise sensorial mostrou que o tratamento apresentou redução no sabor desagradável. A secagem em lâmpada foi comparável à obtida sob sol, permitindo a realização de outros ensaios para o desenvolvimento de secador artificial de polvilho azedo.

Cereda et al (1991b) avaliaram o efeito de inóculo e açúcar, tempo de fermentação e tipos de secagem em fécula de mandioca. No ensaio de fermentação, avaliou-se como inóculo o polvilho azedo seco (SS), adição de sacarose (SUC) em comparação com a fermentação natural (NAT). Todos os ensaios foram acompanhados por 57 dias. As formas de secagem foram ao sol por 8h (S), em estufa com circulação forçada de ar a 30 °C (E) e sob lâmpada ultravioleta por 24 h (L). Os resultados mostraram que com 6 dias de fermentação, os tratamentos NAT, SS e SUC secos ao sol já apresentaram boa expansão dos biscoitos, com valores de 11,60, 11,72 e 10,50 mL/g, respectivamente. Com 35 dias de fermentação, a expansão foi máxima, 13,50 mL/g para fécula adicionada de sacarose e seca ao sol. Essa mesma amostra seca na UV expandiu 10,85 e quando seca em estufa, 3,03 mL/g. Na análise sensorial, o melhor sabor foi apresentado pelas amostras secas ao sol. Com o decorrer da fermentação, independentemente do inóculo utilizado, os biscoitos tornaram-se mais crocantes e macios, principalmente com 35 e 42 dias de fermentação, devido ao desenvolvimento da expansão.

Nunes (1994) procurando elucidar o princípio de elaboração do polvilho azedo, utilizou fécula acidificada com ácido láctico como forma de obter condições controladas e verificar se o processo biológico estava ou não envolvido na propriedade de expansão. Foram realizados ensaios avaliando as formas de secagem: (sol, estufa e lâmpada com radiação ultravioleta). Outro ensaio avaliou o tempo de reação ao ácido láctico, 5 minutos, 3, 6, 12, 24 e 48 h e o terceiro experimento o tempo de exposição à ultravioleta, 0, 3, 6, 12, 24, 48, 96 h. Nas condições do estudo observou-se que a exposição à UV por 96 h proporcionou volume específico de 17,46 mL/g, que não diferiu do valor médio de 17,82 mL/g encontrado na secagem ao sol por 9 h. A amostra seca em estufa expandiu apenas 4,63 mL/g. Houve diferença significativa nas propriedades das pastas de fécula tratadas com ácido láctico, expostas à UV por 96 h, comparada com aquelas secas em estufa. As modificações ocorreram nos valores de viscosidade, temperatura nos pontos críticos do viscograma, opacidade, viscoelasticidade e consistência. A amostra seca em estufa apresentou viscograma Brabender semelhante ao de fécula, enquanto que na amostra irradiada, o viscograma se assemelhou ao de polvilho azedo comercial. Na difração de raio X, observou-se que em relação ao difratograma da fécula sem tratamento, a amostra seca em estufa apresentou picos com menor intensidade, indicando possível diminuição da cristalinidade dos grânulos. A fécula irradiada por 96 h apresentou comportamento oposto, com aumento considerável de intensidade dos picos, com mudança no tipo de difratograma, de C para A, sugerindo aumento de cristalinidade em algumas regiões do grânulo. Desse trabalho pode-se inferir que, a ação combinada entre ácido láctico e radiação ultravioleta em fécula de mandioca substituem a fermentação e a secagem solar para fim de explicação do fenômeno de expansão em polvilho azedo.

Dufour et al (1994) estudaram o efeito da secagem solar sobre a qualidade do polvilho azedo. Ensaio utilizando filtros seletivos para radiação ultravioleta (UV) e infravermelho (IR) mostraram que a UV-A na faixa de 315-400 nm e IR na faixa de 800-10.000 nm não tiveram efeito sobre o desenvolvimento de expansão da fécula fermentada. Outros ensaios demonstraram que a UV-B na faixa de 280-315 nm e a UV-C 100-280 nm foram responsáveis pela capacidade de expansão do polvilho. Irradiações com luz UV com comprimento de onda de 254 nm, resultou no aumento significativo da capacidade de expansão do produto. Verificou-se também que durante a secagem do polvilho azedo num incubador a 40 °C, os níveis de ácido láctico livre permaneceram constantes, mas sofreram redução durante a secagem solar na faixa de irradiação do UV-B.

Dufour et al (1995) verificaram a influência da secagem solar sobre o desenvolvimento de expansão do polvilho azedo. Partindo de fécula fermentada de uma indústria de polvilho da Colômbia, amostras com 33 dias de fermentação foram colocadas para secar ao sol em diferentes tempos de irradiação (2, 4, 6, 8 h) e a secagem complementada em estufa a 40 °C para ajuste do teor de umidade final em 11%. Uma amostra foi seca exclusivamente na estufa a 40 °C, servindo como testemunha. Os resultados mostraram que a exposição direta ao sol por 8 h (nas condições climáticas da Colômbia) induziu a uma forte modificação nas propriedades reológicas da fécula fermentada. A viscosidade máxima de 320 UB obtida pela amostra seca em estufa diminuiu para 220 UB para a amostra seca ao sol. Com 3 horas de exposição à radiação solar houve evidência de aumento de tendência à gelatinização e também obtém-se a máxima capacidade de expansão do polvilho. Para a amostra seca em estufa, o valor de volume específico foi em torno de 2,0 mL/g, enquanto que com 3 h, ao redor de 6,3 mL/g. Em relação ao ácido láctico (ácido láctico e lactato), o teor inicial

diminuiu 35% ao longo da secagem solar, porém não houve variação na amostra seca em estufa, indicando reação fotoquímica com amido que é responsável pela formação de uma rede tridimensional, permitindo a retenção de bolhas de gás durante o forneamento e possibilitando explicar o fenômeno da expansão.

Dufour et al (1996) estudando a melhoria no potencial de expansão do polvilho azedo produzido na Colômbia, proveniente de três cultivares de mandioca (A, B, C), verificaram que a temperatura da pasta (62,5 °C) e a viscosidade máxima (70 °C) foram idênticas para todas as amostras. Uma diferença entre os cultivares foi observada através do teor de ácido láctico e lactato ao longo da secagem solar. A amostra A apresentou teor inicial de ácido láctico e lactato de $10,5 \times 10^{-5}$ mol/g de matéria seca, que depois de 8 h de secagem solar diminuiu para $6,8 \times 10^{-5}$ mol/g de matéria seca. Os cultivares B e C apresentaram diminuição de 10,4 para $9,4 \times 10^{-5}$ mol/g de matéria seca e 7,7, para $6,7 \times 10^{-5}$ mol/g de matéria seca, respectivamente. A maior queda foi para a amostra A, 35%, contra 10% e 13% para as amostras B e C. A diferença observada entre as amostras A, B e C pode ser explicada pela diversidade de cultivares utilizados. Neste trabalho o autor evidencia a importância da fermentação e secagem solar para obtenção de polvilho azedo com poder de expansão e características organolépticas desejáveis. A fermentação proporcionou propriedades físico-químicas necessárias para através da secagem solar alcançar o potencial de panificação do polvilho azedo.

Brabet et al (1996) também estudaram a melhoria na qualidade do polvilho azedo na Colômbia. Avaliou-se a utilização de uma cepa de bactéria, identificada como *Lactobacillus crispatus*, amilolítica e produtora de ácido láctico (ALAB 20) com o objetivo de otimizar a fermentação e desenvolver um inóculo "starter". Esse "starter"

facilitaria a padronização da qualidade do produto e reduziria o tempo de fermentação (Zakhia et al, 1995). A fermentação foi acompanhada coletando-se amostras com 1, 2, 4, 5, 7, 10, 14 e 20 dias. Um tanque sem adição de inóculo serviu como testemunha. Não houve diferença significativa na flora total produtora de ácido lático, tanto na fécula inoculada como não inoculada. Esta flora alcançou $10^8 - 10^9$ ufc/g de matéria seca de fécula no segundo dia e permaneceu constante até o final da fermentação. A flora lática amilolítica estava em maior proporção na fécula inoculada, com predomínio do ALAB 20, enquanto que na fermentação natural a flora era heterogênea. Associando os resultados de pH, produção de ácido lático e potencial de expansão, verificou-se que a acidificação foi notável durante os 5 primeiros dias na fécula inoculada, mas o pH final estabilizou-se em 3,5 (pK_a do ácido lático) em ambas as fermentações. A fermentação inoculada produziu um pouco mais ácido lático durante os primeiros dias da fermentação. A inoculação da fécula de mandioca com ALAB 20 permitiu ao polvilho potencial de expansão final em 10 dias, comparável à fermentação natural. Neste trabalho verificou-se também a importância da água na secagem solar do polvilho azedo. Polvilho azedo seco em estufa a 40 °C por 8 h, quando reumidificado em 50% e seco ao sol por outras 8 h, tem uma capacidade de expansão maior, 5,10 mL/g quando comparado com a amostra sem adição de água 3,75 mL/g. Melhores resultados foram obtidos, 7,4 mL/g, se o polvilho azedo é seco ao sol por 8 h, reumidificado a cada hora por 3 horas e novamente seco ao sol por mais 8 horas, em comparação com a testemunha com apenas 8 h de sol, 5,03 mL/g. O autor salientou também que o revolvimento das amostras ao sol é condição necessária para expor todos os grânulos de amido à radiação solar.

Mestres & Rouau (1997a) partindo de amostras de Dufour et al (1995), avaliaram a influência da secagem solar sobre as características físico-químicas do polvilho

azedo. As amostras foram coletadas em várias épocas durante a fermentação natural (0-33 dias) e secas ao sol por 8 h. As amostras completamente fermentadas (33 dias) foram secas ao sol recebendo quantidades crescentes de radiação solar (0-8 h) e também secas em estufa a 40 °C por 8 h. O autor concluiu que o polvilho azedo é composto essencialmente por amido e que o conteúdo dos componentes menores (nitrogênio e polissacarídeos não-amido) é muito pequeno (menos que 0,6 g/kg). A condição da secagem não alterou o conteúdo de nitrogênio (menos que 0,4 g/kg na secagem em estufa ou 8 h de exposição solar). O ácido láctico foi o principal ácido orgânico recuperado na fermentação e o seu conteúdo é 30% menor quando o polvilho azedo é seco ao sol em comparação à secagem em estufa. Essa diferença persistiu quando o amido foi gelatinizado e degradado por uma α -amilase ou uma hidrólise ácida, significando que a diminuição do conteúdo de ácido láctico após a secagem solar não é devido a sua adsorção sobre o amido ou a sua ligação como uma ligação éster. Como o ácido láctico não é volátil, supõe-se que seja convertido em outra molécula durante a secagem. Esta transformação pode ser uma di- ou polimerização. Apenas um pequeno pico pode ser atribuída a polilactatos (aparecendo antes do pico do ácido láctico). O ácido láctico deve desempenhar uma função na propriedade do polvilho azedo expandir-se, provavelmente como um agente plastificador de amido. Entretanto, confirmando os resultados de Dufour (1995), notou-se que a amostra fermentada seca em estufa, a qual retém nível maior de ácido láctico, tem uma pior capacidade de expansão. Então, se o ácido láctico exerce influência sobre a expansão do polvilho, deve ser de uma forma indireta, por exemplo, através de produtos de degradação. As propriedades de gelatinização da fécula não foram modificadas com os processos de fermentação e secagem, porém a viscosidade da pasta a quente, viscosidade intrínseca e volume hidrodinâmico (cromatografia de permeação em gel) da fécula diminuíram

drasticamente após fermentação e secagem solar. Em adição, a diminuição na viscosidade da pasta a quente do polvilho azedo com aumento do pH tende a reforçar a hipótese de uma modificação química do polvilho durante o processo de secagem. Modificações oxidativas das moléculas de amido devido à ação conjunta da fermentação e secagem solar é uma hipótese a ser confirmada.

Mestres et al (1996) e Mestres et al (1997b) estudando as propriedades físico-químicas e funcionais do polvilho azedo em comparação com a fécula seca à sombra por 24 h e fécula fermentada por 15 dias, seca em estufa a 40 °C confirmaram os resultados anteriores obtidos por Mestres & Rouau (1997a) de que a fermentação e a secagem solar são necessários para conferir capacidade de expansão na fécula de mandioca. Aqui também verificou-se que a viscosidade aparente do polvilho azedo foi menor do que a da fécula e da fécula fermentada seca em estufa. Em pH ácido (4,0), a viscosidade aparente medida em unidades de RVA variou de 167 para a fécula, 147 para a fécula fermentada seca em estufa e 77 para o polvilho azedo. Em pH 7,0 os valores foram 175, 157 e 32, respectivamente. Analisando o poder de inchamento e a solubilidade do amido, nenhuma diferença evidente foi encontrada entre as três amostras, porém a solubilização foi duas vezes maior para a pasta de polvilho azedo do que para a fécula e fécula fermentada seca em estufa. Em pH ácido (4,0) os valores foram 6,8 mg/mL, 3,6 mg/mL e 3,6 mg/mL, respectivamente. E em pH neutro (7,0), 12 mg/mL, 3,5 mg/mL e 3,5 mg/mL. O amido solúvel da fécula foi constituído principalmente de amilose. No polvilho azedo, o amido solúvel foi decorrente da alta solubilização da amilopectina. Isto poderia explicar a menor viscosidade da pasta a quente em polvilho azedo. De certo, a solubilização da amilopectina induziria “relaxamento” do amido inchado e assim, “relaxamento” da pasta. Existe uma relação inversa entre amilopectina e viscosidade aparente.

A conformação da amilose e amilopectina mudaram drasticamente em função da fermentação e secagem solar. A viscosidade intrínseca diminuiu, particularmente para amilose (três vezes menor do que para a fécula). Através da cromatografia de permeação sobre gel verificou-se que grande parte da amilose e amilopectina foram afetadas pelos processos de fermentação e secagem. Estas mudanças nas propriedades funcionais e estrutura macromolecular da fécula de mandioca podem ser devidas a uma hidrólise parcial (por um fenômeno foto-oxidativo) das macromoléculas durante a secagem solar. Amilopectina purificada de mandioca tem capacidade de expansão, permitindo formular uma hipótese para explicar a capacidade de retenção de gás pelo polvilho azedo, de que a ação conjunta da fermentação e secagem solar poderia aumentar a capacidade de solubilização da amilopectina que então agiria como um estabilizador para as bolhas de gás formadas durante o forneamento.

Plata-Oviedo (1997a) estudou algumas propriedades físico-químicas de uma amostra de fécula fermentada de mandioca seca em estufa, ao sol ou com lâmpadas com luz ultravioleta (UV) e o efeito do bissulfito de sódio na propriedade de expansão das amostras secas ao sol e sob UV. As amostras secas ao sol e sob UV apresentaram menores valores de viscosidade intrínseca e de pasta Brabender em relação à amostra seca em estufa, sugerindo a hidrólise do amido durante a secagem ao sol ou com lâmpadas de luz UV-A. Também a secagem ao sol ou com lâmpadas UV-A causaram aumento da cristalinidade relativa do amido fermentado, evidenciada pelo aumento dos picos de difratograma de raio X (tipo A) em relação à amostra seca em estufa. A viscosidade máxima Brabender das amostras secas ao sol e sob UV diminuiu notadamente com o aumento do pH 3,8 para pH 7,0, enquanto que a mesma fécula seca em estufa, manteve-se inalterada. Testes com cloreto de mercúrio mostraram que a queda da viscosidade não pode ser atribuída à presença de enzimas

amilolíticas, sendo portanto, uma característica ligada ao processo de secagem. As amostras secas ao sol e sob UV apresentaram características aniônicas fracas após o tratamento com uma solução de bissulfito de sódio o que sugeriu a presença de grupos aldeídos. Mas as análises de infravermelho e ressonância magnética não acusaram a presença de grupos carbonilas nesses amidos. A adição de bissulfito de sódio durante o preparo dos biscoitos prejudicou a propriedade de expansão. Os resultados sugerem que durante a secagem ao sol ou sob UV-A da fécula fermentada de mandioca, o grânulo foi levemente oxidado, com introdução de grupos aldeídos, os quais muito provavelmente estão relacionados com a propriedade de expansão.

Plata-Oviedo (1997b) avaliou também o desempenho de lâmpadas UV germicida UV-C e luz negra UV-A, o efeito da umidade inicial e da dose de energia UV no desenvolvimento da expansão em três amostras (A, B, C) de fécula fermentada industrialmente. As três amostras irradiadas com luz negra produziram biscoitos com maior volume específico que aquelas irradiadas com lâmpadas germicidas. A amostra A condicionada a 25, 35 e 47% de umidade inicial foi irradiada nas doses de energia UV-A de 25, 60, 75, 100, 150 e 300 joules/cm². A análise de variância dos volumes específicos dos biscoitos mostrou que os fatores umidade inicial, dose de energia e a interação umidade x dose de energia exerceram efeitos significativos no desenvolvimento da propriedade de expansão. Os biscoitos com maiores volumes específicos (15,37 a 15,94 mL/g) foram obtidos com a fécula fermentada condicionada a 47% de umidade inicial e irradiada com doses de 100 a 300 J/cm².

Plata-Oviedo & Camargo (1998) estudaram os efeitos de tratamentos com ácido mineral (HCl) ou ácidos orgânicos, como o acético, propiônico e láctico e processos

de secagem sol ou estufa, sobre as propriedades físico-químicas e funcionais da fécula de mandioca. O objetivo do trabalho foi obter amidos modificados com propriedade de expansão similar àquela de polvilho azedo seco ao sol. Independentemente do método de secagem, as amostras de fécula hidrolisadas pelos ácidos orgânicos apresentaram os mesmos modelos de difração de raio X (mudança de C para A) e valores similares de viscosidade intrínseca. Observações ao microscópio eletrônico não mostraram diferenças entre as superfícies do grânulo das amostras secas ao sol e secas em estufa. Entretanto, fécula hidrolisada por ácidos orgânicos apresentaram valores menores de consistência de pasta a 30 °C quando comparadas com amostras secas em estufa. A modificação da fécula com HCl e secagem em estufa ou ao sol proporcionou biscoitos com valor de volume específico pequeno (3,1 mL/g). Comportamento similar foi obtido em fécula modificada por ácidos orgânicos seca em estufa, com volume específico variando entre 3,0 e 3,3 mL/g. Entretanto, a mesma fécula modificada por ácidos orgânicos quando submetida à secagem solar apresentou aumento de expansão dos biscoitos. A fécula modificada por ácido láctico seca ao sol mostrou a maior expansão, 8,2 mL/g, enquanto que a amostra modificada por ácido acético expandiu 6,9 mL/g e aquela com ácido propiônico, 6,5 mL/g.

Nunes (1996)⁴ realizou 3 ensaios preliminares para verificar a velocidade de reação da radiação ultravioleta em fécula de mandioca fermentada industrialmente por 35 dias. O teor de umidade das amostras quando submetidas à irradiação era de 45%. Utilizou-se uma lâmpada germicida UV-C, colocada a 2,5 cm de altura do material a ser irradiado. A área de ação da lâmpada foi de 0,081 m². No ensaio 1, as cargas avaliadas foram 0,10, 0,20 e 0,40 kg/m² e o tempo de exposição foi de 5 minutos, sem

qualquer revolvimento do material. Os tratamentos foram comparados com amostras secas ao sol por 8 h com revolvimento do material, e secas à sombra por 24 h. Os resultados são apresentados no Quadro 1.

Quadro 1: Valores de expansão das amostras com cargas 0,1, 0,2 e 0,4 kg/m², comparando com a amostra padrão seca ao sol por 8 horas e amostra seca à sombra.

AMOSTRA	EXPANSÃO (mL/g)
Carga 0,10 kg/m ²	11,30
Carga 0,20 kg/m ²	10,90
Carga 0,40 kg/m ²	8,65
Padrão seco ao sol	17,50
Seca à sombra	5,05

Fonte: Nunes (1996)

Ainda segundo Nunes (1996), a amostra seca ao sol por 8 horas expandiu 17,50 mL/g, enquanto que aquela seca à sombra apenas 5,05 mL/g. As cargas 0,10 e 0,20 kg/m² apresentaram valores expansão muito próximos, 11,30 e 10,90 mL/g, respectivamente. A carga 0,1 kg/m² formou uma camada bastante fina e não preencheu a área submetida à ação da lâmpada. Quando a carga foi dobrada para 0,2 kg/m² ainda assim houve boa expansão, porque nesse caso, também houve boa penetração da ultravioleta. Na carga de 0,4 kg/m², a expansão diminuiu sensivelmente para 8,65 kg/m². No ensaio 2, avaliou-se o efeito de 5 intervalos de exposição à radiação ultravioleta, mantendo-se a carga constante em 0,10 kg/m², sem qualquer revolvimento. Os intervalos avaliados foram 5, 10, 20, 30 e 60 minutos, comparados com o padrão seco ao sol. Os resultados são apresentados no Quadro 2 e mostraram que com 5 minutos de exposição houve boa expansão dos biscoitos, com volume

⁴ NUNES, O.L.G.S. Otimização de parâmetros de tratamento com radiação ultravioleta em fécula de mandioca modificada com ácido láctico. Relatório nº 1, Processo nº 95/6789-5, 1996. 37p.

específico igual a 12,30 mL/g, praticamente não diferindo 11,50 mL/g com 10 minutos. Com 20 minutos expandiu 15,00 mL/g e com 30 minutos, 16,90 mL/g. A expansão aumentou com 60 minutos, para valor de 17,50 mL/g, superior à secagem solar com 15,50 mL/g. Neste ensaio ficou evidente o efeito do tempo de exposição sobre a expansão dos biscoitos.

Quadro 2: Valores de expansão das amostras submetidas aos intervalos de radiação 5, 10, 20, 30 e 60 minutos.

AMOSTRA	EXPANSÃO (mL/g)
5 minutos de radiação	12,30
10 minutos de radiação	11,50
20 minutos de radiação	15,00
30 minutos de radiação	16,90
60 minutos de radiação	17,50
Seca ao sol	15,50

Fonte: Nunes (1996)

O polvilho azedo tem sido exaustivamente estudado. No que se refere ao processo, descobriu-se a importância da fermentação láctica e o tratamento sob radiação ultravioleta, porém ainda existem mecanismos a serem esclarecidos sobre a característica da expansão. A tecnologia existente pode ser transferida e adaptada para outros países. O produto apresenta potencial industrial atraente, principalmente para países em desenvolvimento e importadores de trigo. A peculiaridade do polvilho azedo pelo seu poder de expansão e por ser livre de glúten, torna-o interessante como produto de panificação na confecção de biscoitos, pães-de-queijo, bolachas, e apresenta-se como alternativa para os celíacos, pessoas alérgicas ao glúten.

3 MATERIAL E MÉTODOS

Para a realização do presente trabalho foram desenvolvidos ensaios preliminares apresentados no apêndice, procurando ajustar os parâmetros envolvidos com o tratamento ultravioleta em fécula ácido-lático modificada. Foram avaliados tipo e altura de lâmpada ultravioleta, energia de radiação, revolvimento, carga, dosagem de ácido lático e umidade da amostra ao ser irradiada. Com as melhores respostas obtidas realizou-se o ensaio final descrito a seguir.

Os ensaios foram realizados no Núcleo Avançado de Pesquisa (NAP), laboratório do Centro de Raizes e Amidos Tropicais (CERAT)/UNESP, conveniado com a Prefeitura Municipal de Santa Helena, região Oeste do Paraná.

3.1 Equipamentos

Os equipamentos utilizados no trabalho foram uma mesa para tratamento com radiação ultravioleta e secador tipo “flash-dryer”.

- Mesa para tratamento com UV: constou de uma superfície plana com piso em alumínio, área de $0,4 \text{ m}^2$, com possibilidade de ajuste de altura das lâmpadas. Foram utilizadas 5 lâmpadas com luz ultravioleta na faixa do UV-C, comprimento de onda de 254 nm, fixadas em calha com refletor em inox, distanciadas 0,09 m entre si e 8 cm de altura do material a ser irradiado. Cada lâmpada forneceu 30 J/s e o conjunto totalizou 150 J/s, considerando a superfície de $0,4 \text{ m}^2$ (Figura 1);
- Secador tipo “flash-dryer”: fabricado especialmente, conforme modelo empregado em fecularia. Teve por finalidade reduzir a umidade das amostras. O equipamento apresentou as dimensões 2,50 m de altura por 1,80 m de largura, motor de 0,5 HP e 4 resistências de 1500 W cada. O tempo de residência da amostra no secador foi de 5 segundos (Figura 2). O grau de secagem altera a consistência e a granulometria do produto.

3.2 Matéria-prima

A matéria-prima utilizada nos ensaios foi fécula de mandioca comercial proveniente de uma só partida, adquirida da fecularia Agro Industrial Cassava, no município de Entre Rios do Oeste, PR.

Para a acidificação da fécula utilizou-se ácido láctico 85%, produto PA, nas dosagens de 1,0; 1,5 e 2,0 g/100 g de fécula em matéria seca. Foi feito ajuste na dosagem de ácido láctico, considerando ácido láctico com 100% de pureza.



Figura 1: Mesa de tratamento por UV, mostrando calha com sistema refletor e 5 lâmpadas de 30 W (A), regulagem da altura da calha (B) usada para fécula de mandioca acidificada com ácido láctico.



Figura 2: Secador tipo "flash-dryer" usado na pré-secagem e secagem final das amostras de fécula acidificada com ácido láctico.

3.3 Variáveis

De acordo com os resultados apresentados no Apêndice, estabeleceu-se o planejamento fatorial completo 2^4 com ponto central (em ordem aleatória) para avaliação final dos parâmetros. As variáveis abaixo foram mantidas fixas:

- Conjunto de 5 lâmpadas com radiação ultravioleta na faixa do UV-C, proporcionando energia total de 150 J/s nos 0,4 m²;
- Energia total de radiação dos tratamentos de 90 kJ/0,4 m², considerando 10 minutos de exposição à ultravioleta;
- Altura de lâmpada de 8 cm em relação ao material a ser tratado;
- Revolvimento contínuo da amostra durante o tratamento com radiação ultravioleta;
- Sequência de tratamento: radiação ultravioleta seguido de “Flash-dryer” e “Flash-dryer” seguido de radiação ultravioleta.

O secador funcionou a frio, na temperatura ambiente em torno de 25 °C, apenas com o sistema de ventilação ligado. Amostras acidificadas com 47% de umidade, passaram pelo secador e foram retiradas com 45% para posterior irradiação sob ultravioleta. O secador também funcionou a quente em duas temperaturas: a 40 °C e a 100 °C. Na temperatura de 40 °C, o sistema de ventilação e duas resistências foram ligados. Amostras acidificadas com 45% de umidade foram retiradas do secador com 25%. Na temperatura de 100 °C, com as três resistências e o sistema de ventilação ligados, amostras acidificadas com 45% de umidade foram retiradas do secador com 5%. Estabeleceu-se 45% como umidade máxima de avaliação, representando a umidade com que a fécula que entra no secador “flash-dryer” industrialmente.

O secador funcionou também com as 3 resistências ligadas a 100 °C com a finalidade de ajustar, após a irradiação, a umidade final das amostras em 12%.

As variáveis selecionadas para a realização do ensaio final são apresentadas no Quadro 3.

Quadro 3: Variáveis selecionadas, carga, dosagem de ácido láctico, umidade da amostra ao ser irradiada e sequência de tratamento, para a realização do ensaio final em fécula de mandioca ácido-lático modificada.

VARIÁVEIS	nível inferior (-)	nível superior (+)	ponto central (zero)
1. Carga (kg/m ²)	1,0	3,0	2,0
2. Dose de ácido láctico (g/100 g de fécula em m.s.)	1,0	2,0	1,5
3. Umidade da amostra ao ser irradiada (%)	5,0	45	25
4. Sequência de tratamento	UV + Flash-dryer		Flash-dryer + UV

O Quadro 4 mostra a matriz de planejamento fatorial 2^4 com ponto central.

Quadro 4: Matriz do planejamento fatorial completo 2^4 com ponto central, referente às variáveis carga, dosagem de ácido láctico, umidade da amostra ao ser irradiada e sequência de tratamento em fécula ácido láctico modificada.

Tratamento	Carga (kg/m ²)	Dosagem de ácido láctico (mg/100 g)	Umidade da amostra ao ser irradiada (%)	Sistema de tratamento
1	1,0	1,0	5	UV + Flash-dryer
2	3,0	1,0	5	UV + Flash-dryer
3	1,0	2,0	5	UV + Flash-dryer
4	3,0	2,0	5	UV + Flash-dryer
5	1,0	1,0	45	UV + Flash-dryer
6	3,0	1,0	45	UV + Flash-dryer
7	1,0	2,0	45	UV + Flash-dryer
8	3,0	2,0	45	UV + Flash-dryer
9	1,0	1,0	5	Flash-dryer + UV
10	3,0	1,0	5	Flash-dryer + UV
11	1,0	2,0	5	Flash-dryer + UV
12	3,0	2,0	5	Flash-dryer + UV
13	1,0	1,0	45	Flash-dryer + UV
14	3,0	1,0	45	Flash-dryer + UV
15	1,0	2,0	45	Flash-dryer + UV
16	3,0	2,0	45	Flash-dryer + UV
17	2,0	1,5	25	UV + Flash
18	2,0	1,5	25	UV + Flash
19	2,0	1,5	25	UV + Flash
20	2,0	1,5	25	Flash-dryer + UV
21	2,0	1,5	25	Flash-dryer + UV
22	2,0	1,5	25	Flash-dryer + UV

3.4 Análises realizadas

Uma vez realizado o ensaio final, selecionou-se a amostra que apresentou melhor expansão para ser caracterizada através das análises físico-químicas, microbiológicas e propriedades da pasta de amido.

3.4.1 pH

A partir de 10 g de amostra suspensos em 100 mL de água destilada, foi determinado o pH, utilizando-se potenciômetro (IAL, 1985).

3.4.2 Acidez titulável

Foi determinada por titulação com solução de NaOH 0,1 N, usando fenolftaleína como indicador. O resultado foi expresso em mL de NaOH N/100 g de amostra (IAL, 1985).

3.4.3 Umidade

Foi determinada por secagem da amostra em estufa com circulação forçada de ar a 105 °C até a obtenção de peso constante (AOAC, 1975).

3.4.4 Nitrogênio bruto

Foi determinado na amostra pelo método de Kjeldahl, conforme descrito pela AOAC (1975).

3.4.5 Lipídeo

Foi determinado na amostra por extrações com éter de petróleo em aparato Soxleth, de acordo com AOAC (1975).

3.4.6 Amido

O amido foi transformado em açúcares através de hidrólise enzimática, segundo o método de Rickard & Behn (1987).

3.4.7 Amilose

O teor de amilose foi determinado segundo o método ISO – 6647 (ISO, 1987b).

3.4.8 Cinza

Foi determinada pela pesagem da amostra submetida à combustão da matéria seca em forno incinerador a 550 °C por 2 horas (AOAC, 1975).

3.4.9 Fibra

O teor de fibra foi determinado na amostra por hidrólise ácida, seguida de hidrólise alcalina (AACC, 1975).

3.4.10 Granulometria (% retida expressa em peso)

A granulometria foi determinada submetendo a amostra ao jogo de peneiras vibratórias em aparelho marca Granutest dotado das seguintes peneiras em tyler e abertura em milímetros: 10 (2,000 mm), 12 (1,680 mm), 20 (0,850 mm), 30 (0,600 mm), 40 (0,420 mm), 50 (0,300 mm), 60 (0,250 mm) 70 (0,212 mm), 80 (0,180 mm), 100 (0,150 mm), 125 (0,100 mm), 170 (0,090 mm), 200 (0,075 mm), 325 (0,045) e fundo (< 0,045 mm). Foi calculada a porcentagem de material retido em cada uma delas (Cereda & Nunes, 1995).

3.4.11 Volume específico

A partir de 12 g de polvilho azedo e água fervente modelou-se 3 bolinhas que foram assadas em forno elétrico termostatizado a 200 °C por 60 minutos. Depois

de frias, as bolinhas expandidas foram pesadas, parafinadas e seu volume determinado por imersão em água utilizando proveta graduada. A relação volume/peso define o volume específico ou expansão dos biscoitos ao forno.

Os índices de expansão podem ser classificados segundo Nunes et al (1994) em pequeno (< 5 mL/g), médio (5 a 10 mL/g) e grande (> 10 mL/g).

3.4.12. Viscosidade da pasta de amido

A viscosidade foi obtida de acordo com o método proposto por Mazurs et al (1957), citado e modificado por Cereda (1981) para adequar-se à fécula de mandioca. Empregou-se viscógrafo Brabender, com molas de sensibilidade de 700 cmgf, velocidade constante de 75 rpm e modificações de temperatura de $1,5^{\circ}\text{C}$ por minuto. Foi utilizada concentração 7% (p/v). O diluente utilizado foi solução tampão acetato 0,1 M e o pH da suspensão foi ajustado para 6,0 para a correção da acidez da amostra. Da curva de viscosidade foram obtidos os seguintes valores:

- Pico de viscosidade, em Unidades Brabender (UB) (P)
- Viscosidade ao atingir 90°C , em UB (Q_1)
- Viscosidade após 30 minutos a 90°C , em UB (Q_2)
- Relação entre a viscosidade a 90°C (0 minutos) (Q_1) e a viscosidade máxima (P)
- Queda na viscosidade $90/90^{\circ}\text{C}$, em UB
- Viscosidade ao resfriar a 50°C , em UB (F_1)
- Viscosidade após 30 minutos a 50°C , em UB (F_2)
- Aumento da viscosidade $50/50^{\circ}\text{C}$, em UB

- Temperatura de início de gelatinização, que é a temperatura ($^{\circ}\text{C}$) onde inicia o aumento da viscosidade durante o ciclo de aquecimento
- Temperatura de empastamento, que é a temperatura ($^{\circ}\text{C}$) na qual o acréscimo inicial de viscosidade atinge 10 UB (Medcalf & Gilles, 1965)
- Temperatura à viscosidade máxima ($^{\circ}\text{C}$)
- Tendência à retrogradação, calculada pela diferença entre a viscosidade da pasta após 30 minutos a 90°C e a viscosidade quando atinge 50°C .

3.4.13. Transparência do gel

O gel obtido da análise de viscosidade foi transferido para placa de Petri, fotografado a quente e a frio (após 24 horas), e também transferido para tubo e a medida de transparência determinada em espectrofotômetro, pela absorbância a 645 nm, utilizando-se água como padrão. A leitura foi feita imediatamente após o resfriamento do gel e após 24 horas, à temperatura ambiente (Sarmiento, 1989).

3.4.14. Viscoelasticidade do gel

O gel obtido da análise de viscosidade foi transferido para placa de Petri para determinação da viscoelasticidade a quente e a frio (24 horas depois), fazendo um corte com uma espátula, perpendicularmente a uma linha de tinta traçada sobre o gel. Foi utilizado papel de filtro para imprimir o desenho feito no gel (Sarmiento, 1989).

3.4.15 Consistência do gel

O gel obtido da análise de viscosidade foi transferido para forminha plástica untada com vaselina e após 24 horas, foi retirado da forma e observado quanto à consistência.

3.4.16 Análises microbianas

As análises de Contagem Padrão em Placa, Coliformes total e fecal (*Escherichia coli*), e Bolores e Leveduras foram realizadas pelo Método Rápido Simplate (AOAC, 1997). A leitura dos resultados se fez através da observação sob luz ultravioleta das placas incubadas por 24 + 4 horas a 35 °C para Contagem Padrão em Placa e bactéria do Grupo Coliformes e 48 horas a 30 °C para Bolores e Leveduras. Fez-se a contagem das células fluorescentes (positivas) e a correspondência na tabela do NMP (número mais provável) de microrganismos na amostra.

Nas análises de *Staphylococcus aureus* utilizou-se a técnica do “spread plate” que consistiu em retirar 0,3 mL da diluição, colocando 0,1 mL em cada placa de Petri com ágar de Baird-Parker. Os inóculos foram espalhados sobre as superfícies das placas com espátula de Drigalsky e foram invertidas e incubadas a 37 °C por 24 - 48 horas (Siqueira, 1995a). Para *Clostridium* sulfito redutor, utilizou-se a técnica do “pour plate” que consistiu em pipetar 3mL das diluições e colocar 1 mL em cada uma das três placas de Petri. Distribuiu-se meio ágar seletivo para *Clostridium perfringens* e depois de solidificadas, as placas foram colocadas em sistema anaeróbio “Gaspak” a 37 °C por 48 horas (Siqueira, 1995b).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Cereda & Nunes (1995) classificam a expansão do polvilho azedo como pequeno, quando o volume específico dos biscoitos é menor que 5 mL/g, médio quando entre 5 e 10 mL/g e grande, quando acima de 10 mL/g. Na literatura são apresentados valores de volume específico dos biscoitos elaborados com fécula fermentada de mandioca seca ao sol por 8 horas variando entre 5,0 a 19,0 mL/g (Cereda & Nunes, 1989; Cereda & Nunes, 1990; Plata-Oviedo, 1991; Plata-Oviedo & Camargo, 1994; Brabet et al, 1996). Em se tratando de fécula de mandioca acidificada com ácido láctico Nunes (1994) encontrou valor de 17,82 mL/g em amostra seca ao sol e 17,46 mL/g quando a amostra foi irradiada com UV-C de 30 J/s por 96 horas, totalizando $3,84 \times 10^3$ kJ/m².

Os ensaios preliminares apresentados no Apêndice possibilitaram selecionar e fixar valores para o ensaio final dos parâmetros envolvidos no processo de tratamento com ultravioleta, em fécula de mandioca modificada com ácido láctico. No ensaio, (Quadro 14 do apêndice) ficou estabelecido que a lâmpada ultravioleta de 30 J/s, na faixa da

UV-C, proporcionou maior volume específico aos biscoitos e apresentou menor custo. Plata-Oviedo (1997b) relatou que amostras irradiadas com luz negra (UV-A) produziram biscoitos com os maiores volumes específicos quando comparados com amostras irradiadas com luz germicida, com valores de volume específico variando de 15,37 a 15,94 mL/g obtidos em fécula fermentada com doses de 100 a 300 kJ/m². Em Dufour et al (1994) também relataram que a UV-A não teve efeito sobre o desenvolvimento de expansão em fécula fermentada e que a UV-C resultou em aumento significativo do volume específico dos biscoitos.

A UV-A apresenta comprimento de onda entre 320 a 400 nm e UV-C entre 100 e 290 nm. Esta última é responsável pela absorção de energia em compostos com dupla ligação como é o caso do ácido láctico e como a luz que é absorvida pela molécula é a responsável pelas alterações químicas produzidas. Conclui-se que no processo de fécula de mandioca modificada com ácido láctico e irradiada com ultravioleta, pode-se inferir que é a UV-C a responsável pela reação fotoquímica (Phillips, 1963; Ewing, 1972; Scalco, 1993).

No mesmo ensaio 1, Quadro 14 do Apêndice, ficou evidenciado o efeito do revolvimento do material, que se mostrou como parâmetro importante. Por ser a ultravioleta energia de baixa penetração, o revolvimento é imprescindível e proporciona contato de toda a superfície dos grânulos da fécula com essa energia. Brabet et al (1996) afirmaram que o revolvimento dinamiza a ação da ultravioleta, proporcionando aumento na capacidade de expansão dos biscoitos assados. Comercialmente, a fécula fermentada é colocada para secar ao sol com teor de umidade em torno de 45%. Nessa condição o produto encontra-se na forma de blocos agregados, que durante a secagem necessitam ser revolvidos. O processo é realizado por duplas de funcionários, um de cada lado do jirau, que esfrelam o

produto, possibilitando maior penetração da energia solar e evaporação da umidade retida no polvilho.

Nos ensaio 2, Quadro 17 do Apêndice, os resultados mostraram que a melhor expansão foi obtida com a energia total de 9,0 kJ fornecida na área de 0,081 m² no intervalo de tempo de 5 minutos, 45% de umidade, dosagem de ácido láctico de 1,0 g/100 g de fécula em matéria seca e altura de 4 cm. Nessa quantidade de energia, a fécula expandiu em torno de 11,0 mL/g. Esse ensaio também mostrou que a altura de 8 cm da lâmpada em relação ao material a ser irradiado não prejudicou a resposta.

Nos resultados apresentados no ensaio 3, Quadro 21 do Apêndice, a quantidade de energia de radiação ultravioleta foi a variável que mais influenciou na resposta, sendo que o total de 18 kJ fornecido em 0,081 m² foi a que proporcionou melhor volume específico dos biscoitos, com valor de 14,3 mL/g. Cereda & Nunes (1989) também obtiveram maior expansão em amostras de fécula fermentada que receberam 7 horas de radiação em comparação com amostras que receberam apenas 3 horas, possibilitando afirmar que a quantidade de energia de radiação foi importante para a obtenção de fécula com a característica de expansão.

Os resultados do ensaio final relacionando carga, dosagem de ácido láctico umidade da amostra ao ser irradiada e sequência de tratamento são apresentados nos Quadros 5 a 13 e Figuras 3 a 8.

O teste χ^2 mostrou que somente os efeitos das variáveis com valores acima de 0,67 são significativos em nível de 95% de confiança. Através do Quadro 5 que apresenta a estimativa dos efeitos, verifica-se que somente as principais variáveis como carga

(A), dosagem de ácido láctico (B), teor de umidade (C) e sistema de tratamento (D) são significativos no nível de 95% e a superfície de resposta nestas condições é linear.

Quadro 5: Estimativa dos efeitos do ensaio de otimização dos parâmetros carga A, dosagem de ácido láctico B, teor de umidade C, seqüência de tratamento D.

VARIÁVEIS	Estimativa dos Efeitos
A	- 2,0500 *
B	1,1250 *
AB	0,1250
C	1,9250 *
AC	- 0,8250
BC	0,1500
ABC	- 0,4000
D	0,8000 *
AD	0,3000
BD	0,0750
ABD	0,1750
CD	0,4750
ACD	- 0,3750
BCD	0,0000
ABCD	- 0,0500
I	10,9750

* efeitos significativos maiores que 0,67

A umidade apresentou efeito significativo (Quadro 5). No Quadro 6, observa-se que aumentando o teor de umidade da amostra ao ser irradiada de 5 para 45%, a expansão foi aumentada em média 1,92 unidades. Esse efeito também foi observado no ensaio 2 apresentado no apêndice. Quando o teor de umidade do tratamento variou de 20 para 45%,

os volumes específicos também aumentaram (Quadro 17 do Apêndice). Plata-Oviedo (1997b), avaliando amostras de fécula fermentada condicionadas a 25, 35 e 47% de umidade obteve biscoitos com os maiores volumes específicos (15,37 a 15,94 mL/g) em amostras com 47% de umidade. Uma possível explicação para esse efeito positivo da umidade é que a água também absorve energia proveniente de radiação ultravioleta em processo de fotólise (Harrison et al, 1959 citado por Phillips, 1963). Quanto mais umidade, mais energia é absorvida. Essa energia se soma à energia absorvida pelo ácido lático. Assim, existe uma excitação eletrônica que desencadeia alterações moleculares quando em conjunto com a fécula de mandioca.

O ácido lático também apresentou efeito significativo, ou seja, aumentando-se a dosagem de 1,0 para 2,0 g/100 g de fécula em matéria seca, a expansão foi aumentada em média de 1,12 unidades. Em amostras de fécula fermentada, o ácido lático é o que predomina dentre o acético, butírico, propiônico e outros presentes no processo fermentativo. Cereda et al (1989) avaliaram amostras de polvilho azedo comercial proveniente de duas regiões produtoras de Minas Gerais e encontraram valor médio de 0,2% de ácido lático. Neste trabalho não foi feita a avaliação sensorial dos tratamentos, porém percebe-se que o aumento em até dez vezes na quantidade de ácido lático em relação ao encontrado na fécula fermentada industrialmente, provavelmente provocará sabor forte de ácido. Cereda & Nunes (1991a) trabalhando com mistura de ácidos lático, acético e butírico, em fécula de mandioca, tratada com radiação ultravioleta proveniente do sol e de lâmpadas, concluíram que na amostra tratada sob lâmpada, o teor de ácido lático foi de 9,9 mg/g e o sabor do biscoito foi considerado forte e desagradável. A amostra seca ao sol apresentou teor muito mais baixo, 0,54 mg/g e sabor agradável. Em termos de expansão as duas amostras comportaram-se de modo semelhante, com valores em torno de 9 a 10 mL/g. Segundo Mestres & Rouau (1997a)

a secagem solar diminuiu em 30 % a quantidade de ácido láctico encontrado em fécula fermentada. Secagem em estufa e tratamento ultravioleta proporcionaram a mesma concentração final em ácido láctico (Nunes, 1994). Dufour et al (1995) afirma que a reação que ocorre na fécula fermentada pela secagem solar possibilita a formação de uma rede tridimensional, retendo bolhas de gás durante o forneamento dos biscoitos. Vitti et al (1991) estudaram o efeito do ácido láctico na fabricação de biscoitos tipo "Cream Cracker" e observaram que o mesmo melhorou a plasticidade da massa e conseqüentemente a expansão dos biscoitos. O ácido láctico por possuir dupla ligação absorve fortemente a ultravioleta na faixa da UV-C e essa energia provoca excitação eletrônica que confere mudanças fotoquímicas na molécula para que ocorra polimerização do ácido láctico às moléculas de amido (Mestres & Roau, 1997a; Phillips, 1963).

Quadro 6: Volume específico dos biscoitos em função da carga, dosagem de ácido láctico, umidade da amostra ao ser irradiada e sequência de tratamento.

Tratamento	Carga kg/m ²	Dosagem de ácido láctico g/100g	Umidade da amostra ao ser irradiada %	Sequência de tratamento	Volume específico dos biscoitos mL/g
1	1,0	1,0	5	UV + FLASH	9,6
2	3,0	1,0	5	UV + FLASH	8,2
3	1,0	2,0	5	UV + FLASH	10,4
4	3,0	2,0	5	UV + FLASH	8,8
5	1,0	1,0	45	UV + FLASH	11,6
6	3,0	1,0	45	UV + FLASH	9,2
7	1,0	2,0	45	UV + FLASH	12,8
8	3,0	2,0	45	UV + FLASH	9,4
9	1,0	1,0	5	FLASH + UV	9,9
10	3,0	1,0	5	FLASH + UV	9,6
11	1,0	2,0	5	FLASH + UV	9,6
12	3,0	2,0	5	FLASH + UV	9,8
13	1,0	1,0	45	FLASH + UV	13,6
14	3,0	1,0	45	FLASH + UV	11,2
15	1,0	2,0	45	FLASH + UV	14,5
16	3,0	2,0	45	FLASH + UV	11,8
17	2,0	1,5	25	UV + FLASH	8,6
18	2,0	1,5	25	UV + FLASH	8,9
19	2,0	1,5	25	UV + FLASH	8,5
20	2,0	1,5	25	FLASH + UV	12,3
21	2,0	1,5	25	FLASH + UV	12,7
22	2,0	1,5	25	FLASH + UV	12,7

O efeito da carga foi significativo. A estimativa dos efeitos (Quadro 5) mostrou que quando a carga foi aumentada de 1,0 para 3,0 kg/m², a resposta diminuiu em média 2,05 unidades de expansão. A energia recebida por quilograma de massa foi 225, 112,5 e 75 kJ/kg, considerando-se as cargas de 1,0; 2,0 e 3,0 kg/m², respectivamente. Esse resultado evidencia que a energia foi menos efetiva com o aumento da carga e, nessa situação, o volume específico dos biscoitos também diminuiu. Nos ensaios apresentados no Apêndice, sempre foi utilizada a carga de 0,1 kg/m² com o objetivo de que a energia não fosse fator limitante. No ensaio final, Quadro 2, o aumento da carga em até 10 vezes com a mesma energia radiante não proporcionou diferença na expansão dos biscoitos. O aumento de carga objetivou aumentar a capacidade de produção. Nunes (1994) estudou o efeito da radiação UV-C em fécula acidificada com ácido láctico empregando a carga de 2,2 kg/m². Nessa carga a secagem solar demorou 8 horas e produziu biscoitos com volume específico de 17,82 mL/g. No tratamento sob UV-C foram necessários $3,84 \times 10^3$ kJ/m² para produzir biscoitos de 17,46 mL/g. Segundo Vilpoux (1994), a carga empregada na indústria de polvilho azedo era de 1,3 a 2,0 kg/m²/8 horas. No presente trabalho, a amostra 15 (Quadro 6), foi obtida com a carga de 1,0 kg/m² e energia correspondente a 90 kJ/0,4 m² calculada em 10 minutos de radiação ou 225 kJ/m². Em 8 horas de secagem a produção por m² seria de 48 kg, portanto uma diferença de 96%.

No presente ensaio optou-se em trabalhar com o secador tipo “flash-dryer” como proposta de aproveitar o sistema já existente na maioria das fecularias brasileiras. Normalmente, a fécula é seca na temperatura de 100 a 110 °C, porém alta velocidade de secagem, minimiza as alterações sobre os grânulos de amido (Ciacco & Cruz, 1988). Além disso, o secador proporciona produto final com granulometria na faixa de 0,045 a 0,420 mm. A sequência de tratamento (UV + “flash-dryer” e “flash-dryer” + UV) apresentou

efeito de 0,8. Isso significa que nessa condição, a expansão foi aumentada em média 0,8 unidades. De um modo geral, a sequência “flash-dryer” + UV (tratamentos 9 a 16 e 20 a 22, Quadro 6) apresentou os melhores resultados de volume específico dos biscoitos. Cereda & Nunes (1989) também encontraram a melhor expansão dos biscoitos, com valor de 10,69 mL/g, no polvilho azedo seco previamente em secador “Flash-dryer”, recebendo depois radiação solar das 9:30 às 17:00 horas.

Ao analisar o efeito positivo do “flash-dryer” sobre a granulometria das amostras, supõe-se que as aglomerações foram dispersas, o material ficou mais pulverizado, e dessa forma, apresentaram maior superfície de exposição à ultravioleta (Figura 3) que apresenta baixa penetração (Klar, 1984; Scalco, 1993; Hyppolito et al, 1993)

As amostras com umidade de 25 e 45% apresentaram-se mais compactas o que dificultou uma análise granulométrica, razão pela qual a amostra de 45% foi registrada na forma visual na fotografia da Figura 3. A granulidade grosseira das amostras é expressa em porcentagem retida em peneiras, apresentada no Quadro 7.

Quadro 7 : Faixa granulométrica das amostras com 5, 25 e 45% de umidade que sofreram ou não pré-secagem em secador tipo “Flash-dryer”.

Umidade (%)	% de granulicidade retida nas peneiras (abertura da peneira em mm)	
	Antes do “flash-dryer”	Depois do “flash-dryer”
5	83 % entre 0,045 a 0,075	92% entre < 0,045 a 0,045
25	77,5 % entre 0,30 a 0,42	76 % entre 0,30 a 0,42
45	70% entre 0,42 a 0,60	71,8% entre 0,42 a 0,85

Como a interação dos efeitos não foi significativa no nível de 95% de confiança, conclui-se então, que a maior expansão está localizada nos pontos: carga: 1,0 kg/m², dosagem de ácido láctico: 2,0 g/100 g de matéria seca, 45% de umidade e sequência de tratamento “flash-dryer” seguido por ultravioleta (amostra 15 – Quadro 6). A mesma conclusão pode ser considerada se considerar dois planejamentos 2³, um considerando o sistema de tratamento.

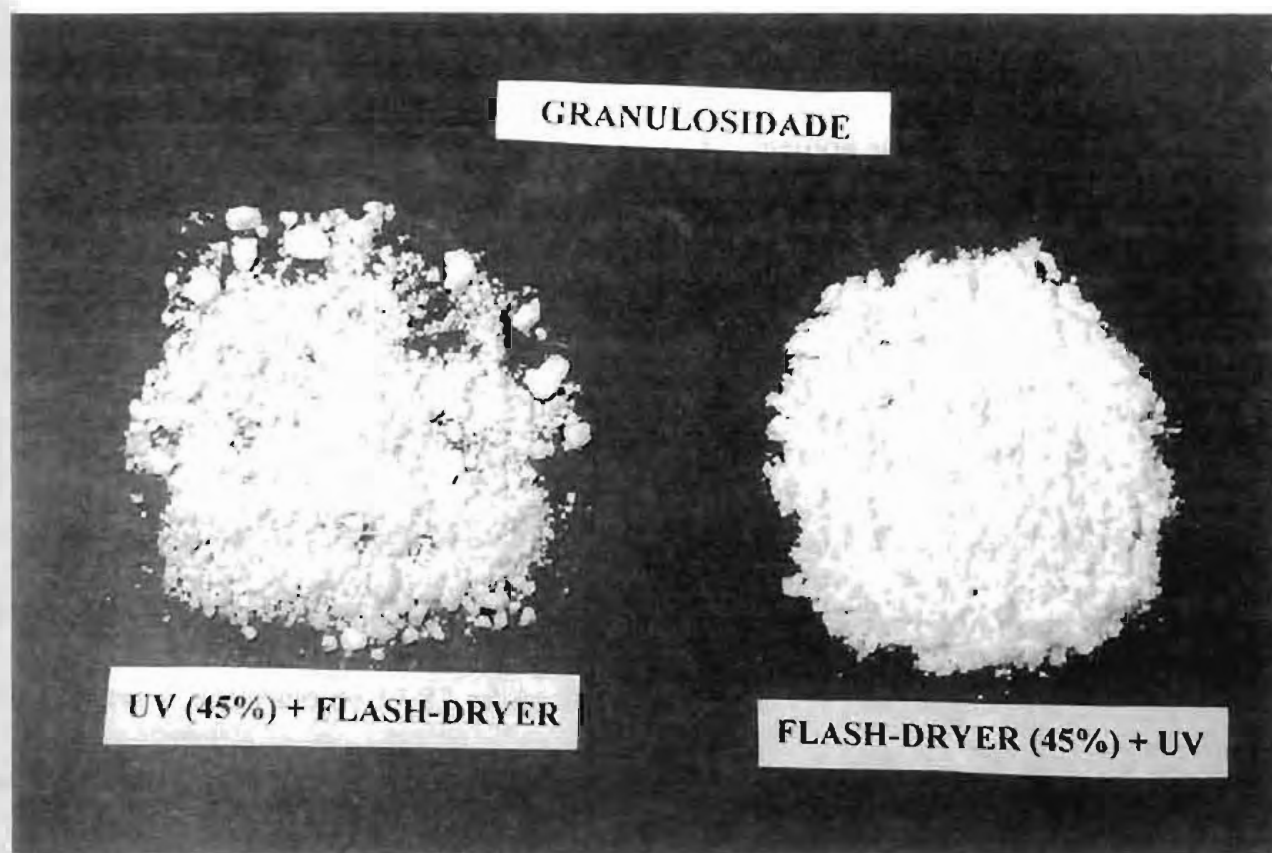


Figura 3: Aspecto geral de amostras de fécula acidificada antes e após passar pelo secador “flash-dryer”.

A análise de variância (Quadro 8) mostra que a regressão foi estatisticamente significativa no nível de 95%, $F_{\text{calc}} = 19,3093$, e $F_{\text{tab}} = 2,73$. O modelo da resposta foi linear e sem necessidade de ajuste, no nível de 95% de confiança. O modelo proposto é representado pela equação 3. Na Figura 4, foram plotados os valores experimentais e a curva de tendência baseada na Equação 3. A curva de tendência foi plotada com as variáveis codificadas e é válida apenas dentro da faixa experimental.

$$y = 10,6313 - 0,9063 c + 0,2625 al + 1,1438 u + 0,6250 t \dots\dots\dots \text{Equação (3)}$$

onde:

c = carga (kg/m^2)

al = concentração de ácido láctico (g/100 g de fécula em matéria seca)

u = umidade da amostra ao ser irradiada (%)

t = sistema de tratamento ("flash-dryer" + UV ou UV + "flash-dryer")

Do que foi apresentado no trabalho, dentro das condições estabelecidas, a variável quantidade de energia fornecida por metro quadrado foi otimizada. Na secagem solar de fécula ácido-lático modificada realizada no período de 8 horas, Nunes (1994) obteve a expansão de 17,82 mL/g. Sob tratamento UV, empregando a energia de 3840 kJ/m^2 , a expansão obtida foi de 17,46 mL/g. Plata-Oviedo (1997b) aplicou doses de energia UV de 1000 e 3000 kJ/m^2 e obteve volumes específicos de 15,37 e 15,94 mL/g, respectivamente. Neste trabalho foram aplicados 225 kJ/m^2 e o volume específico foi de 14,50 mL/g. Em relação à umidade da amostra ao ser irradiada, Plata-Oviedo (1997b) concluiu que 47% de umidade proporcionaram os melhores resultados. Neste trabalho foi adotada a umidade de 45%, tomando-se como referência dois pontos observados na prática industrial: 1) a umidade inicial da fécula fermentada quando é colocada para receber radiação solar no processo de secagem natural e 2) a umidade inicial da fécula quando entra no secador "flash-dryer" industrialmente.

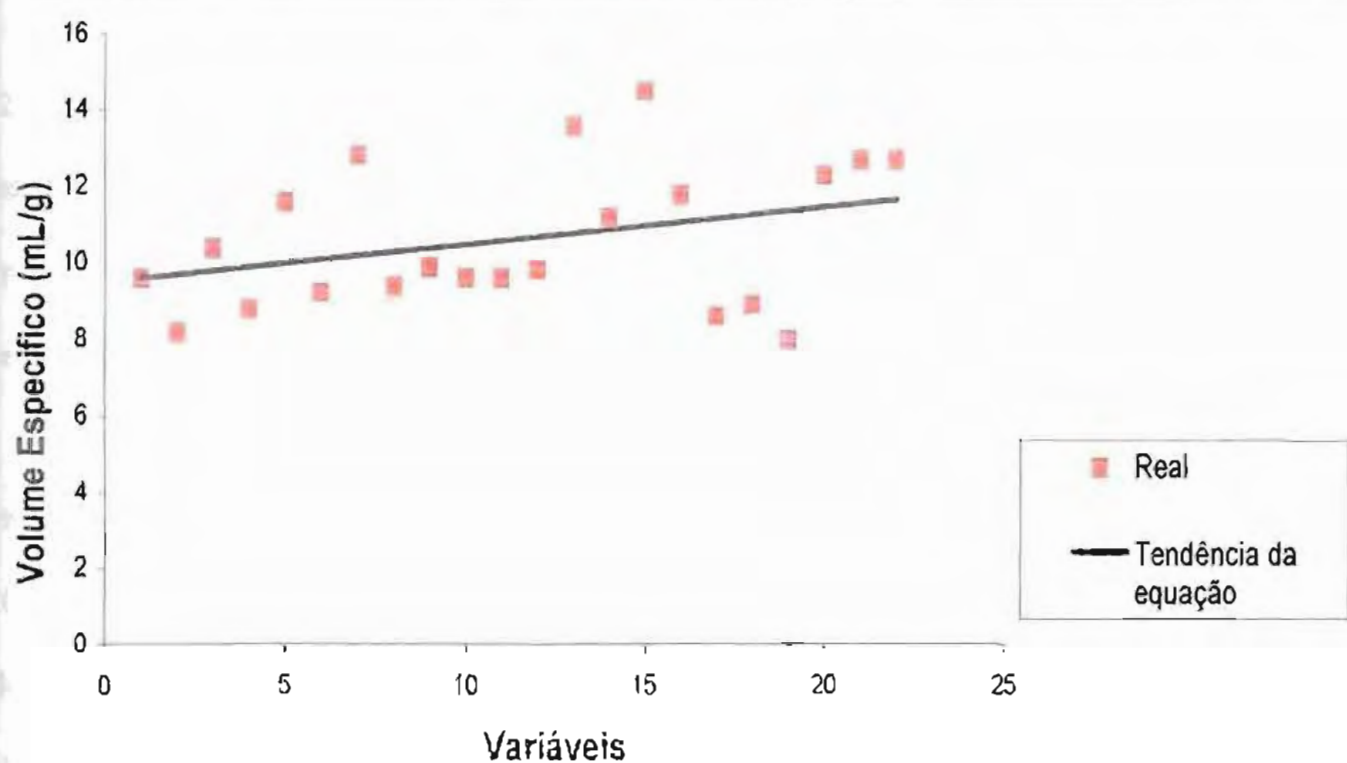


Figura 4: Valores experimentais e curva de tendência referente às expansões obtidas em fécula ácido-lático modificada e irradiada com ultravioleta.

Quadro8: Quadro da análise de variância.

Fonte de Variação	Soma Quadrática	Graus de Liberdade	Média Quadrática	Teste F
Regressão	82,8468	4	20,7117	19,3093
Resíduos	28,9610	27	1,0726	
Falta de ajuste	16,1810	11	1,4710	1,8416
Erro puro	12,7800	16	0,7988	
Total	111,8078	31		

% de variância explicada = 74,0975

% máxima de variância explicável = 88,5697

4.1 Caracterização da amostra

A amostra 15 obtida em carga de $1,0 \text{ kg/m}^2$, dosagem de ácido láctico de $2,0 \text{ g/100g}$ de fécula, 45% de umidade e sequência de tratamento “flash-dryer” + UV, apresentou a melhor expansão e foi caracterizada através de análises físico-químicas, microbianas e de propriedades da pasta de amido. Essa amostra foi denominada de amostra experimental. Os resultados encontram-se nos Quadros 9 a 13 e Figuras 5 a 9.

No Quadro 9 são apresentados os resultados da caracterização físico-química da amostra experimental. A acidez total apresentou teor elevado, $15,9 \text{ mL NaOH N/100 g}$ de amostra em função do tratamento com ácido láctico, o que representa 14,31% de ácido láctico. O teor de acidez refletiu-se no valor de pH que foi de 2,8. Os teores de amido e amilose foram 95,49 e 17,64 %. Esses resultados estão em conformidade com os encontrados por Nunes (1994).

Quadro 9: Caracterização físico-química e expansão da amostra experimental.

ANÁLISE *	AMOSTRA EXPERIMENTAL
Umidade (%)	12,44
(% da matéria seca)	
Amido	95,49
Amilose (% de amido)	17,64
Amilopectina	77,85
Cinza	0,08
Fibra	0,40
Nitrogênio Bruto	0,05
Lípideo	0,41
pH	2,8
Acidez**	15,9
Volume específico (mL/g)	14,5

* valores médios de 3 análises

** mL NaOH N/100 g de matéria
seca

O resultado da análise granulométrica encontram-se no Quadro 10

Quadro 10: Porcentagem de material retido nas peneiras (Tyler), abertura em mm, da amostra experimental.

Peneira (tyler)	Abertura (mm)	Amostra experimental
10	2,00	1,02
12	1,680	1,24
20	0,850	9,60
30	0,600	8,85
40	0,420	12,54
50	0,300	13,56
60	0,250	8,29
70	0,212	2,35
80	0,180	5,55
100	0,150	3,97
125	0,100	7,76
170	0,090	10,32
200	0,075	7,29
325	0,045	3,79
Fundo	< 0,045	3,84

Verifica-se que as maiores porcentagens de material ficaram retidas nas peneiras Tyler 20, 30, 40, 50, 60 e 170, portanto partículas entre 0,85 e 0,09, totalizando 63 %. Os outros 37 % foram distribuídos nas outras peneiras. A granulometria se apresentou mais uniforme, decorrente da secagem final da amostra em secador tipo “flash-dryer”, porém

diferente de amostras de polvilho azedo comercial que apresentam granulometria mais grosseira.

4.2 Caracterização microbiológica

No Quadro 11 encontram-se os resultados da análise microbiológica da amostra experimental, comparando-se com os limites da legislação. Na amostra tratada com 10 minutos de radiação ultravioleta não foi possível detectar desenvolvimento microbiano. A eficiência bactericida da radiação ultravioleta é principalmente função da radiação, duração da exposição e suscetibilidade do microrganismo. A energia existente em um simples quantum de radiação ultravioleta parece suficiente para inativar uma molécula de proteína (Rahn, 1945). Quando a radiação ultravioleta passa através da matéria, a energia é absorvida pelos eletrons específicos dentro da moléculas, tornando-as mais reativas. Quando tal excitação eletrônica ocorre entre as moléculas essenciais dos microrganismos, o sistema reprodutivo é destruído ou o microrganismo morre. No processo tradicional de produção de polvilho azedo onde ocorre fermentação e secagem solar, normalmente não há desenvolvimento de microrganismos patogênicos tais como *Salmonella*, *Shigella* e *Staphylococcus*. Porém, pode ocorrer presença de bactérias coliformes totais e mesmo fecais e contagem de bolores e leveduras em função de falhas higiênicas ao longo do processamento e armazenamento do produto. Sarmento (1992) ao analisar amostras de polvilho azedo do Estado de Minas Gerais encontrou *Staphylococcus spp* em quantidades que variaram de $3,5 \times 10^1$ a $1,1 \times 10^2$ e bactérias do Grupo Coliforme, que variaram de 2 a > 1600 , expressa em NMP/g.

Quadro 11: Análise microbiológica da amostra experimental, comparando-se com os limites da legislação.

ANÁLISE	LEGISLAÇÃO *	AMOSTRA EXPERIMENTAL
Contagem Padrão Placa (UFC/g)	Não consta	Ausente
Coliformes Totais (NMP máx.)	Não consta	Ausente
<i>Escherichia coli</i> (NMP máx.)	10/g	Ausente
Bolores e Leveduras	Máximo de 10^4 /g	Ausente
<i>Staphylococcus aureus</i> NMP	5×10^2 /g	Ausente
<i>Clostridium</i> sulfito redutor	não consta	Ausente

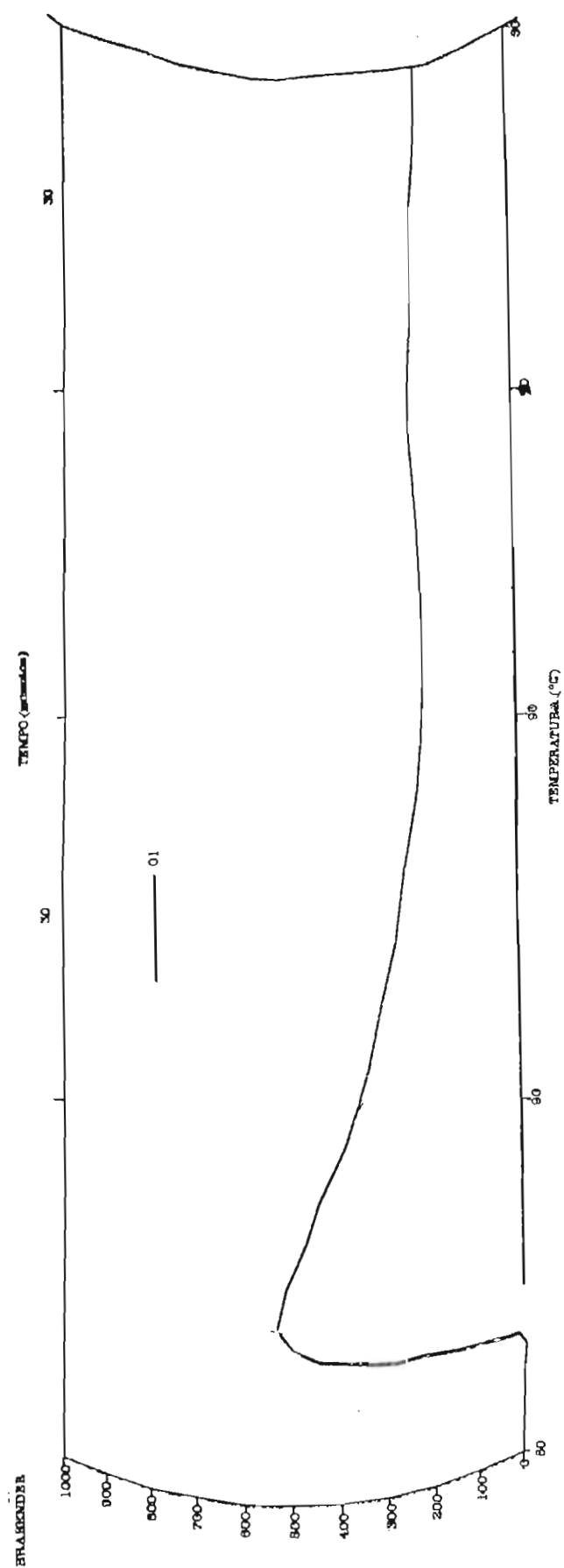
* (Ministério da Saúde, 1998)

4.3. Viscosidade da Pasta

Os parâmetros principais da análise de viscosidade da amostra experimental encontram-se no Quadro 12 e o viscograma acha-se relacionado na Figura 5

A interpretação do viscograma indica que quando uma dispersão de amido é aquecida, os grânulos incham e virtualmente absorvem toda a água disponível. Como resultado, os grânulos inchados tornam-se mais suscetíveis à desintegração mecânica. Nestas condições, as forças que mantêm a estrutura do grânulo também são enfraquecidas, contribuindo para a fragilidade do grânulo. No início a viscosidade aumenta rapidamente até um máximo e, então decresce. A viscosidade máxima caracteriza-se por um equilíbrio entre o

Figura 5: Viscograma a 7% da amostra experimental



aumento de viscosidade devido ao inchamento e o decréscimo de viscosidade causada pela fragmentação. A variação da viscosidade da pasta quando esta é continuamente agitada à temperatura de 90 °C por 30 minutos, indica a resistência dos grânulos inchados à agitação mecânica. O aumento da viscosidade com o resfriamento, temperatura de 90 °C para 50 °C, é devido à associação entre os componentes da dispersão. Este fenômeno é denominado retrogradação. O conhecimento do comportamento das pastas do amido são de particular importância na maioria das aplicações industriais (Ciacco & Cruz, 1982).

A amostra experimental apresentou pico de viscosidade máxima com valor de 540 UB. Segundo Kerr (1952) citado por Shildeneck & Smith (1967), a redução na viscosidade da pasta de amidos ácido-modificados é atribuída à desintegração das regiões amorfas e, conseqüentemente, enfraquecimento da estrutura granular, permitindo a fragmentação do grânulo com pequeno inchamento. O ácido cliva preferencialmente as cadeias de amilopectina no início da modificação. Nunes (1994) encontrou redução na viscosidade máxima de 1150 UB em fécula de mandioca sem tratamento na concentração de 7% (p/v) para 670 UB em fécula modificada com ácido láctico seca em estufa e 260 UB quando a fécula além de acidificada foi irradiada com ultravioleta por 96 horas. Em polvilho azedo comercial, Cereda (1985) analisou a viscosidade de 12 amostras na concentração de 8 % (p/v) e classificou as amostras em grupos. As amostras do grupo A apresentaram picos de viscosidade baixa, não ultrapassando as 500 UB, com pastas pouco estáveis. As do grupo B apresentaram valores de pico entre 500 e 800 UB e pastas pouco estáveis e o grupo C, caracterizou-se por alta estabilidade da pasta e picos de viscosidade superiores a 800 UB.

Analisando os pontos críticos do Quadro 12, verifica-se que a relação entre a viscosidade no início do aquecimento a 90 °C (Q_1) e a viscosidade máxima (P) para a

amostra experimental foi igual a 0,72, inferior a 0,80 encontrado por Nunes (1994) para amostra acidificada e irradiada com ultravioleta por 96 horas. Essa relação, quanto mais próxima de 1,00, significa pouca variação entre a viscosidade no início do aquecimento a 90 °C e a viscosidade máxima e reflete a estabilidade da pasta. A queda de viscosidade no período do aquecimento a 90 °C por 30 minutos foi igual a 170 UB. No período do resfriamento (90 °C – 50 °C), ou retrogradação, a viscosidade aumentou 20 UB. A falta de estabilidade, definida como aumento de viscosidade com o resfriamento é explicada por Whistler & Paschall (1965) citados por Cereda (1983c). A viscosidade da pasta durante os 30 minutos a 50 °C apresentou aumento de 15 UB. Esses resultados reforçam a premissa apresentada por Cereda (1985) sobre a fragilidade dos grânulos de fécula fermentada e podem ser estendidos aos grânulos de fécula modificada por ácido láctico. Nakamura & Park (1975) também afirmaram que os grânulos de polvilho azedo são mais solúveis e têm maior poder de expansão que os de polvilho doce ou fécula.

Quanto à temperatura de início de viscosidade foi 63,5 °C, a máxima foi de 71,8 °C e a de empastamento foi 64,5 °C. Cereda (1985) obteve variação na temperatura de início de viscosidade das amostras de polvilho azedo entre 57,5 °C e 62 °C.

4.4 Transparência, consistência e viscoelasticidade do gel

As avaliações de transparência, consistência e viscoelasticidade do gel podem ser observadas no Quadro 13 e Figuras 6 a 8.

Outra propriedade importante da pasta do amido, sob o ponto de vista da estética, é a sua opacidade ou transparência. Amido com maior teor de amilose resultam em

pastas mais opacas e aqueles com maior teor de amilopectina, em pastas mais claras (Ziemba, 1965). A claridade da pasta é afetada também pelo pH, presença de sais e procedimento de solubilização (Greenwood, 1964).

Verifica-se que o valor da absorbância a 645 nm aumentou em torno de 4 vezes após 24 horas (Quadro 10), cujo valor foi de 0,723. Nunes (1994) em amostra de fécula de mandioca acidificada com ácido láctico e irradiada com ultravioleta por 96 horas, encontrou os valores de 0,0706 (a quente) e 0,6386 (24 horas depois), portanto 9 vezes maior.

A Figura 6 mostra também aspecto da transparência do gel da amostra experimental, a quente e a frio.

Quadro 13: Transparência do gel de fécula a 7% (p/v) expressa em absorbância à 645 nm, da amostra experimental.

AMOSTRAS	ABSORBÂNCIA (645 nm)	
	TEMPERATURA AMBIENTE	
	0 hora	24 horas após
Amostra experimental	0,171	0,723

Quanto à consistência do gel, observa-se na Figura 7 que o gel apresentou-se firme, com aspecto de pudim. Nunes (1994) também observou esse aspecto na consistência da amostra irradiada por 96 horas.



Figura 6: Transparência do gel da amostra experimental, a quente e a frio.



Figura 7: Consistência da amostra experimental, a frio.

Quanto à viscoelasticidade do gel, Figura 8, observa-se que após o repouso de 24 horas, a elasticidade diminuiu. Após 24 horas, o gel se apresentou consistente, opaco e não viscoelástico. Esses resultados estão em concordância com os apresentados por Nunes (1994).

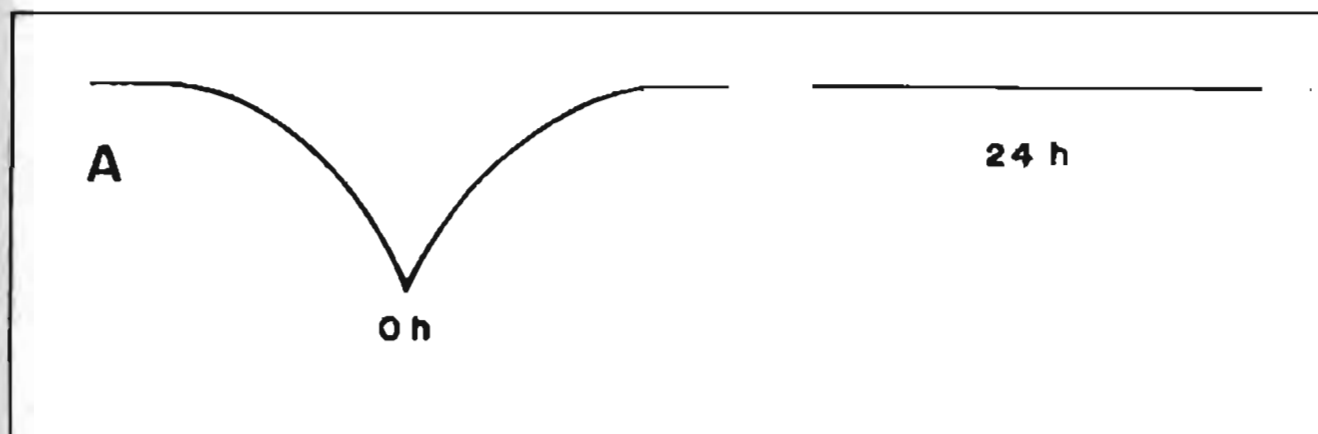


Figura 8: Viscoelasticidade da amostra experimental, gel a quente (0 hora) e a frio (24 horas depois).

5 CONCLUSÃO

Para se discutir volume específico dos biscoitos, tomou-se como base de avaliação a classificação onde expansão pequena é representada por volumes menor que 5,0 mL/g, entre 5,0 e 10,0 mL/g corresponde a expansão média e acima de 10,0 mL/g, grande expansão.

No presente trabalho onde foram avaliados o conjunto de parâmetros relacionados com tratamento ultravioleta em fécula ácido-lático modificada foi possível destacar as seguintes conclusões:

1. O conjunto de variáveis avaliadas possibilitaram expansões de 12,6 e 14,5 mL/g;
2. Para as mesmas condições de tratamento da fécula ácido-lático modificada, a faixa de radiação ultravioleta que proporciona maior expansão é a UV-C, com pico máximo de 254 nm e a altura da lâmpada até 8 cm acima da fécula a ser irradiada;
3. A energia de radiação estabelecida no tratamento de fécula ácido-lático modificada foi de 225 kJ/m²,

3. O revolvimento contínuo da amostra é condição necessária para expor os grânulos da fécula ácido-lático modificada à ação da ultravioleta;
4. A umidade da amostra ao ser irradiada mostrou-se como fator importante e positivo para aumentar a capacidade de expansão dos biscoitos. Nas condições do ensaio, optou-se por 45% de umidade como referência do que é empregado em secagem solar de fécula fermentada industrialmente;
5. O aumento no teor de ácido láctico proporciona aumento na expansão dos biscoitos. O fator limitante são teores acima dos que são normalmente encontrados em amostras de polvilho azedo comercial, podendo provocar sabor forte e desagradável no produto final;
6. A eficiência da radiação diminui com o aumento da carga, devido à relação energia por quilograma de massa ser menor. Com $1,0 \text{ kg/m}^2$ pode-se obter aumento de produção em até 96% em comparação com o processo comercial de produção do polvilho azedo atualmente existente;
7. A seqüência de tratamento secador “flash-dryer” seguido por radiação ultravioleta provocou efeito de granulação das amostras.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS¹²

- ACENA, B. The effect of high drying temperature on the physical and chemical characteristics of cassava starch. *Stärke*, v.8, n.6, p.135-9, 1965.
- AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS. Approved methods of the american association of cereal chemists, St Paul, 1975
- ASHRAE HANDBOOK. Solar energy utilization. In: __. *Ashrae Handbook*: 1982 Applications. Atlanta: American Society of Heating, Refrigerating and Air-Conditioning Engineers, Inc., 1982. p.57.1-57.26.
- ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. Official methods of analysis of the association official analytical chemists. 12 ed. Washington, 1975. 1094p.
- ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. Official methods of analysis of the association official analytical chemists. Washington, 1997.

¹ BIOSIS. Serial sources for the Biosis previews database. Philadelphia, 1990. 413p.

² UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA. Coordenadoria Geral de Bibliotecas, Editora da UNESP. Normas para publicação da UNESP. São Paulo: Editora UNESP, 1994. 4v., v.2, Referências Bibliográficas

- BARROS NETO, B. de, SCARMÍNIO, I.S., BRUNS, R.E. *Planejamento e otimização de experimentos*. Campinas: editora da UNICAMP, 1995. 299p.
- BRABET, C., DUFOUR, D., RAIMBAULT, M., GIRAUD, J. Improving cassava sour starch quality in Colombia. In: DUFOUR, D., O'BRIEN, BEST, R. (Eds.) *Cassava flour and starch: progress in research and development*, Cali: CIRAD/CIAT, 1996. cap.27, p.241-6.
- CAMARGO, C., COLONNA, P., BULEON, A., RICHARD-MOLARD, D. Functional properties of sour cassava (*Manihot utilissima*) starch: polvilho azedo. *J. Sci. Food Agric.*, v.45, p.273-89, 1988.
- CEREDA, M.P. *Estudos físico-químicos e microbianos da esterilização e da fermentação da fécula de mandioca*. Botucatu, 1981. 155p. Tese (Livre-Docência em Tecnologia dos Produtos Agropecuários) – Faculdade de Ciências Agrônômicas, Universidade Estadual Paulista.
- CEREDA, M.P., LIMA, U.A., BRASIL, M.A.M. Aspectos da fermentação da fécula de mandioca. I Características do polvilho azedo comercial. *Rev. de Agricultura*, v.56, n 4, p.219-30, 1981.
- CEREDA, M.P. Padronização para ensaios de qualidade da fécula de mandioca fermentada (polvilho azedo). I – Formulação e preparo de biscoitos. *Bol. Soc. Bras. Ciênc. Tecnol. Aliment.*, v.17, p.287-95, 1983a.
- CEREDA, M.P. Padronização para ensaios de qualidade da fécula de mandioca fermentada (polvilho azedo). II – Ensaio de absorção de água. *Bol. Soc. Bras. Ciênc. Tecnol. Aliment.*, v.17, p.297-304, 1983b.

- CEREDA, M.P. Determinação da viscosidade em fécula fermentada de mandioca (polvilho azedo). *Bol. Soc. Bras. Ciênc. Tecnol. Aliment.*, v.17, n.1, p.15-24, 1983c.
- CEREDA, M.P. Avaliação da qualidade da fécula fermentada comercial de mandioca. II. Características físico-químicas e absorção de água. *Rev. Bras. Mandioca*, v.3, n.2, p.15-20, 1985.
- CEREDA, M.P. Tecnologia e qualidade do polvilho azedo. *Inf. Agropecu.*, v.13, n.145, p.63-8, 1987.
- CEREDA, M.P., NUNES, O.L.G.S., WESTY, A. *Avaliação do efeito de inóculos, tempo de fermentação e tipos de secagem em fécula de mandioca*. Relatório. Botucatu: Departamento de Tecnologia dos Produtos Agropecuários, Faculdade de Ciências Agronômicas, UNESP, 1991b. 58p.
- CEREDA, M.P., NUNES, O.L.G.S. Brazilian fermented cassava starch. I. production and use. In: INTERNATIONAL CARBOHYDRATE SYMPOSIUM. 16, 1992, Paris. *Abstract*. Paris, 1992.
- CEREDA, M.P., NUNES, O.L.G. *Controle de qualidade de produtos de mandioca: manual de análises de polvilho azedo: físico-químicas, microbianas e qualidade*. Botucatu: CERAT, 1995, v.1. 48p.
- CEREDA, M.P., NUNES, O.L.G.S., WESTBY, A. Brazilian fermented cassava starch: a low cost acidic starch with modified functional properties. *Sci. Technol. & Develop.*, v.13, n.1, p.43-9, 1995.
- CIACCO, C.F., CRUZ, R. *Fabricação do amido e sua utilização*. São Paulo: Secretaria da Indústria, Comércio, Ciência e Tecnologia do Estado de São Paulo, 1982. 152p.

- DUFOUR, D., LARSONNEUR, S., ALARCÓN, F., CEREDA, M.P., BRABET, C. Influence of sun drying on sour cassava starch quality, pandebono loaf volume and viscoamylograph studies. In: INTERNATIONAL MEETING ON CASSAVA FLOUR & STARCH. 1994, Cali. *Abstracts...* Cali: CIAT, 1994. p.37
- DUFOUR, D., BRABET, C., ZAKHIA, N., CHUZEL, G. Influence de la fermentation et du séchage salaire sur l'acquisition du pouvoir de panification de l'amidon aigre de manioc. In: AGBOR EGBE, T., BRAUMAN, A., GRIFFON, D., TRÈCHE, S. *Transformation Alimentaire du Manioc*. Paris: ORSTOM, 1995. p.399-417.
- DUFOUR, D., LARSONNEUR, S., ALARCÓN, F., BRABET, C., CHUZEL, G. Improving the bread-making potential of cassava sour starch. In: DUFOUR, D., O'BRIEN, BEST, R (Eds.) *Cassava flour and starch: progress in research and development*, Cali: CIRAD/CIAT, 1996. cap.16, p.133-43.
- EVANGELISTA, J. Conservação de alimentos. In: __ *Tecnologia de alimentos*. São Paulo: Atheneu, 1989, cap.9, p.277-429.
- EWING, G.W. A absorção da radiação ultravioleta e visível. In: __. *Métodos instrumentais de análise química*. São Paulo: Edgard Blücher, 1972. p.41-88.
- GREENWOOD, C.T. Structure, properties and amylolytic degradation of starch. *Food Technology*. v.18, n.5, p.138-44, 1964.
- HAMIDI, E., DAUPHIN, J.F. Etude de l'aldéhyde glycolique formé au cours de l'irradiation gamma de l'amidon de maïs. *Stärke*, n.10, p.333-36, 1976.
- HELDMAN, D.R., SINGH, R.P. Food dehydration. In: __. *Food process engineering*. 2.ed Westport: AVI, 1981 p.261-331.

HYPOLITO, E., FREIRE, I.A., GOVEIA, J.C. Esterilização por raios ultravioleta. *Hosp. Adm. Saúde*, v.17, p.325-7, 1993.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. *Norma analítica do Instituto Adolfo Lutz*. 2.ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 1985. v 1, 533p

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO – 6647b. *Norme Internationale: Riz* determination de la teneur en amylose. Suisse, 1987. 4p.

KLAR, A.E. Balanço de radiação. In: _____. A água no sistema solo-planta-atmosfera. São Paulo: Nobel, 1984. p.139-54.

LASSERAN, J.C. Principios gerais de secagem. *Rev. Bras. Armaz.*, v.3, n.3, p.17-46, 1978.

MEDCALF, D.G., GILLES, K.A. Wheat starch. I. Comparison of physico-chemical properties, *Cereal Chem.*, v.42, p.558-68, 1965.

MESTRES, C., ROUAU, X., ZAKHIA, N., BRABET, C. Physicochemical properties of cassava sour starch. In: DUFOUR, D., O'BRIEN, BEST, R. (Eds.) *Cassava flour and starch: progress in research and development*, Cali: CIRAD/CIAT, 1996. cap.17, p.143-9.

MESTRES, C., ROUAU, X. Influence of natural fermentation and drying conditions on the physicochemical characteristics of cassava starch. *J.Sci.Food Agric.*, v.74, p 147-55, 1997a

MESTRES, C., ZAKHIA, N., DUFOUR, D. Functional and physico-chemical properties of sour cassava starch. In: FRAZIER, P.J., RICHMOND, P., DONALD, A.M. *Starch: Structure and Functionality* Cambridge: The Royal Society of Chemistry, 1997b. n.205, p.42-50.

MINISTÉRIO DA SAÚDE. Portaria nº 451/97. Regulamento técnico. Princípios gerais para o estabelecimento de critérios e padrões microbiológicos para alimentos. Os limites para farinha, fécula, amido e fubá encontram-se no Grupo VII, alínea a do Anexo I. *Diário Oficial da União* – Poder Executivo, publicado em 02/07/98.

NAKAMURA, I.M., PARK, Y.K. Some physico-chemical properties of fermented cassava starch (polvilho azedo). *Die Stärke*, v.27, p.9, p.295-97, 1975.

NUNES, O.L.G.S. *Efeito da radiação ultravioleta sobre as propriedades funcionais de fécula de mandioca tratada com ácido láctico*. Botucatu, 1994. 88p. Dissertação (Mestrado em Energia na Agricultura) – Faculdade de Ciências Agronômicas, Universidade Estadual Paulista.

NUNES, O.L.G.S., CEREDA, M.P., ROÇA, R. O., SARMENTO, B.B.S. Metodologia para avaliação da qualidade da fécula fermentada (polvilho azedo). In: CONGRESSO BRASILEIRO DE MANDIOCA, 8, 1994, Salvador. *Resumos...* Fortaleza: Sociedade Brasileira de Mandioca, 1994. p.37.

PEAT, S., BOURNE, E.J., WHELAN, W.J. Photochemical degradation of starch. *Nature*, v.161, n.4098, p.162-3. 1948.

PHILLIPS, G.O. *Photochemistry of carbohydrates*. London: Academic Press, 1963. 59p.

PLATA-OVIEDO, M. *Efeito do tratamento ácido nas propriedades físico-químicas e funcionais do amido de mandioca*. Campinas, 1991. 135p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas.

PLATA-OVIEDO, M., CAMARGO, C.R.O. Determinação de propriedades físico-químicas e funcionais de duas féculas fermentadas de mandioca (polvilho azedo). *Ciênc. Tecnol. Aliment.* v.15, p.59-65, 1995.

- PLATA-OVIEDO, M., CAMARGO, C.R.O. Propriedade de expansão do polvilho azedo. I. Levantamento de evidências sobre a modificação química do amido fermentado durante a secagem. In: SIMPÓSIO LATINO AMERICANO DE CIÊNCIA DE ALIMENTOS, 2, 1997, Campinas. *Resumos...* Campinas, 1997a. p.142.
- PLATA-OVIEDO, M., CAMARGO, C.R.O. Propriedade de expansão do polvilho azedo. II. Efeito da irradiação ultravioleta e do teor de umidade inicial durante a secagem do amido fermentado. In: SIMPÓSIO LATINO AMERICANO DE CIÊNCIA DE ALIMENTOS, 2, 1997, Campinas. *Resumos...* Campinas, 1997b. p.142-3
- PLATA-OVIEDO, M. CAMARGO, C. Effect of acid treatments and drying processes on physico-chemical and functional properties of cassava starch. *J. Sci. Food Agric.* v.77, p 103-8, 1998.
- RAHN, O. Physical methods of sterilization of microorganisms. *Bacteriol. Rev.*, v.9, p.1-45, 1945.
- RICKARD, J.E., BEHN, K.R. Evaluation of acid and enzyme hydrolytic methods for determination of cassava starch. *Journal of Science, Food and Agriculture*, v.4, n 4, p.373-79, 1987.
- SARMENTO, S.B.S. *Alterações na fração amido durante o armazenamento de raízes de um cultivar de mandioca (Manihot esculenta Crantz) de uso industrial*. Piracicaba, 1989. 103p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) – Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Universidade de São Paulo.
- SARMENTO, S.B.S. Características do polvilho azedo comercial produzido no Estado de Minas Gerais. Relatório parcial de pesquisa apresentado à FAPESP, Processo nº 91/2614-5, 1992. 39p.

SÃO PAULO. Decreto nº 12.486, 20 out, 1978. Normas técnicas relativas a alimentos e bebidas. *Diário Oficial do Estado de São Paulo* - Poder Executivo. nº 201, p.3-25, publicado em 21/10/78.

SCALCO, G. USP prepara substituto do bronzeador. Dermatologistas do Hospital das Clínicas tentam droga que provoca aumento da pigmentação da pele. *Folha de S. Paulo*, São Paulo, 01 set 1993. Atmosfera, p.8.

SHILDENECK, P., SMITH, C.E. Production and uses of acid-modified starch. In: WHISTLER, R.L., PASCHALL, E.F. *Starch: Chemistry and Technology*. New York: Academic Press, 1965. v.2, p.217-35.

SIQUEIRA, R.S. de. *Staphylococcus*. In: ___. *Manual de microbiologia de alimentos*. Brasília: Serviço de Produção e Informação da EMBRAPA, 1995a. p.119-30.

SIQUEIRA, R.S. de. *Clostridium*. In: ___. *Manual de microbiologia de alimentos*. Brasília: Serviço de Produção e Informação da EMBRAPA, 1995b. p. 144-55.

TOSELLO, A. A secagem de amido pelo ar quente. *Bragantia*, v.10, n.12, p.357-63, 1950.

VILPOUX, O. *Caracterização do setor de polvilho azedo em Minas Gerais em julho e agosto de 1993*. Botucatu: Centro de Raízes Tropicais, Faculdade de Ciências Agronômicas, UNESP, 1994. 68p.

WESTBY, A., CEREDA, M.P. Production of fermented cassava starch (polvilho azedo) in Brazil. *Trop. Sci.*, v.34, p.203-10, 1994.

ZAKHIA, N., CHUZEL, G., BRABET, C., DUFOUR, D. Cassava fermentation: cassava sour starch in Latin America. In: *The cassava biotechnology network*. Cali: CIAT, 1995. v.2, 651-61.

ZIEMBA, J.V. Food starches. *Food Engineering*. v.37, n.10, p 71-9, 1965.

7. APÊNDICE

Na elaboração do presente trabalho foram selecionados vários parâmetros que estão envolvidos com o desenvolvimento da expansão dos biscoitos em fécula de mandioca modificada com ácido láctico e tratada com radiação ultravioleta. Optou-se por realizar ensaios prévios descritos no apêndice como forma de selecionar os principais parâmetros para a realização do ensaio final. Essa estratégia serviu simplesmente para facilitar a apresentação do trabalho, evitando-se assim, a colocação de um número muito grande de informações no corpo principal da tese.

Para a triagem inicial das variáveis foram realizados 3 ensaios empregando fécula de mandioca modificada com ácido láctico. As variáveis estudadas nessa etapa foram a quantidade de energia ultravioleta, tipo de radiação ultravioleta, a altura de lâmpadas, umidade inicial da amostra no momento da irradiação, dosagem de ácido láctico e necessidade de revolvimento do material. Para o tratamento com ultravioleta empregou-se a mesma mesa descrita no item 3.1. Nessa fase, a secagem final das amostras foi feita sob lâmpada com radiação infravermelho de 250 W, disposta a 0,5 m de altura. As respostas foram avaliadas através do volume específico dos biscoitos assados no forno conforme descrito no item 3.4.11.

Em todos os ensaios do apêndice utilizou-se apenas uma lâmpada UV disposta na área de $0,081 \text{ m}^2$. O ensaio 1 constou em avaliar o efeito do tipo de radiação ultravioleta, a quantidade de energia fornecida e o revolvimento contínuo em fécula de mandioca acidificada com ácido láctico na dosagem de $1,0 \text{ g}/100\text{g}$ de fécula em matéria seca, umidade da amostra a ser irradiada de 45% e carga de $0,1 \text{ kg}/\text{m}^2$. Os parâmetros avaliados foram as lâmpadas germicidas (UV-C) de 30 J/s e 65 J/s e luz negra (UV-A) de 100 J/s, nos

intervalos de 1 e 5 minutos de radiação. As energias radiantes avaliadas foram: 1,8; 3,9; 6,0; 9,0; 19,5; 30 kJ/0,081 m² e o revolvimento contínuo do material.

Os resultados do ensaio I são apresentados no Quadro 14. Quando se comparam os valores de volume específico entre luz negra e germicida, verifica-se que a luz negra mesmo quando forneceu a máxima energia de 30 kJ/0,081 m², apresentou os menores valores de expansão dos biscoitos. Nesse caso, a expansão foi de 8,9 mL/g apresentada pelo tratamento 10. Entre as lâmpadas germicidas, a que forneceu 30 J/s foi a que apresentou os melhores resultados de volume específico. A amostra que recebeu 9 kJ/0,081 m² e foi revolvida (tratamento 12), o volume específico foi de 12,6 mL/g, pouco superior a 11,4 mL/g apresentado pela amostra que recebeu 19,5 kJ/0,081 m² e também foi revolvida (tratamento 11). Pode-se inferir que as duas lâmpadas produziram o mesmo efeito. A diferença de custo entre as lâmpadas germicidas é grande. A de 30 J/s custou em torno de US\$20,00, enquanto que a de 65 J/s aproximadamente US\$100,00.

Quadro 14. Valores médios de volume específico referentes ao ensaio I em função da faixa de UV, energia de radiação e revolvimento do material.

Tratamento	Faixa de UV	Energia de radiação kJ/0,081m ²	Revolvimento	Valor médio de volume específico (mL/g)
1	A (100 J/s)	6,0	Sem	7,8
2	C (65 J/s)	3,9	Sem	7,9
3	C (30 J/s)	1,8	Sem	7,8
4	A (100 J/s)	30,0	Sem	8,7
5	C (65 J/s)	19,5	Sem	9,8
6	C (30 J/s)	9,0	Sem	10,3
7	A (100 J/s)	6,0	Com	8,0
8	C (65 J/s)	3,9	Com	9,5
9	C (30 J/s)	1,8	Com	9,3
10	A (100 J/s)	30,0	Com	8,9
11	C (65 J/s)	19,5	Com	11,4
12	C (30 J/s)	9,0	Com	12,6

Uma vez definido o tipo de lâmpada, UV-C de 30J/s e a necessidade de revolvimento contínuo da amostra, foi realizado o ensaio 2, utilizando carga de 0,1 kg/m². Optou-se por trabalhar com carga pequena com o objetivo de expor os grânulos de fécula à ação da ultravioleta como forma de otimizar o efeito dessa radiação. Assim, foram avaliadas as energias fornecidas em 0,081 m² de 1,8 e 9,0 kJ nos intervalos de 1 e 5 minutos de radiação, respectivamente. Diminuiu-se a umidade da amostra a ser irradiada com o objetivo de avaliar a importância da mesma na reação fotoquímica. A dosagem de ácido láctico também foi

diminuída como forma de otimizar a quantidade necessária. Nesse ensaio foi utilizada apenas uma lâmpada ultravioleta. As variáveis estudadas são apresentadas no Quadro 15.

Quadro 15: Variáveis avaliadas no ensaio 2, em fécula acidificada com ácido láctico, considerando a energia de radiação, altura das lâmpadas, umidade das amostras ao serem irradiadas e dosagem de ácido láctico.

Variáveis	Nível inferior (-)	Nível superior (+)
Energia da fonte de radiação (kJ/0,081 m ²)	1,8	9,0
Altura das lâmpadas (cm)	4	8
Umidade da amostra ao ser irradiada (%)	20	45
Dosagem de ácido láctico (mg/100 g de fécula em matéria seca)	0,4	1,0

O planejamento foi o Fatorial completo 2^4 com 16 tratamentos. A matriz do planejamento 2^4 está representada no Quadro 16.

Quadro 16: Matriz do planejamento fatorial completo 2^4 referente ao ensaio 2.

Tratamento	Energia de radiação kJ/0,081 m ²	Altura da lâmpada	Umidade da amostra	Dosagem de ácido láctico
1	1,8	4	20	0,4
2	9,0	4	20	0,4
3	1,8	8	20	0,4
4	9,0	8	20	0,4
5	1,8	4	45	0,4
6	9,0	4	45	0,4
7	1,8	8	45	0,4
8	9,0	8	45	0,4
9	1,8	4	20	1,0
10	9,0	4	20	1,0
11	1,8	8	20	1,0
12	9,0	8	20	1,0
13	1,8	4	45	1,0
14	9,0	4	45	1,0
15	1,8	8	45	1,0
16	9,0	8	45	1,0

Os resultados desse ensaio são apresentados nos Quadros 17 e 18.

Quadro 17. Valores médios de volume específico do ensaio 2 em função da energia de radiação, altura de lâmpada, umidade das amostras e dosagem de ácido láctico.

Tratamento	Energia de radiação kJ/0,081 m ²	Altura da lâmpada	Umidade da amostra	Dosagem de ácido láctico	Valor médio de volume específico (mL/g)
1	1,8	4	20	0,4	6,8
2	9,0	4	20	0,4	8,8
3	1,8	8	20	0,4	6,8
4	9,0	8	20	0,4	8,3
5	1,8	4	45	0,4	6,6
6	9,0	4	45	0,4	9,2
7	1,8	8	45	0,4	6,8
8	9,0	8	45	0,4	8,4
9	1,8	4	20	1,0	6,9
10	9,0	4	20	1,0	9,0
11	1,8	8	20	1,0	7,3
12	9,0	8	20	1,0	9,4
13	1,8	4	45	1,0	7,6
14	9,0	4	45	1,0	9,6
15	1,8	8	45	1,0	8,4
16	9,0	8	45	1,0	10,8

Nas respostas do planejamento, Quadro 17, verifica-se que todos os tratamentos que receberam 9,0 kJ/0,081 de UV-C apresentaram resultados maiores de volume específico dos biscoitos. Para a mesma condição de umidade de 45% da amostra ao ser irradiada e dosagem de ácido láctico de 1,0 g/100 g (tratamentos 14 e 16), as respostas foram as melhores, ou seja 9,6 e 10,8 mL/g, considerando as alturas das lâmpadas em 4 e 8 cm, respectivamente. Com 1,8 kJ/0,081 m² (tratamentos 13 e 15), os valores foram 7,6 e 8,4 mL/g. Em relação à umidade de irradiação da amostra, porcentagens maiores indicaram melhoria no volume específico associada com maior energia de radiação UV-C de 9,0 kJ/0,081 m². Esses

resultados também foram confirmados através da estimativa dos efeitos apresentada no Quadro 18.

De acordo com o teste t, somente os efeitos das variáveis com valores superiores a 0,358 são significativos no nível de 95% de confiança. Através da estimativa dos efeitos, Quadro 5, o fator quantidade de energia de radiação ($B = 2,0625$) foi o que mais influenciou na resposta, seguido pelo ácido láctico ($D = 0,9625$) e depois a umidade ($C = 0,5750$). Como não houve nenhuma interação da quantidade de energia de radiação com os outros fatores, significa que ele pode ser mudado independentemente dos outros. Mas existe uma interação entre umidade e ácido láctico ($CD = 0,5000$). A interação altura-ácido láctico está no limite de corte ($AD = 0,4000$), portanto não altera a resposta significativamente.

Quadro 18: Estimativa dos efeitos do ensaio 2. As variáveis são altura A, quantidade de energia de radiação B, umidade C, ácido láctico D. I = média das respostas.

Variáveis	Estimativa dos efeitos
A	0,1500 *
B	2,0625
AB	- 0,1500 *
C	0,5750
AC	0,0875 *
BC	0,1250 *
ABC	- 0,0125 *
D	0,9625
AD	0,4000
BD	0,1375 *
ABD	0,2250 *
CD	0,5000
ACD	0,0625 *
BCD	- 0,0250 *
ABCD	0,0875 *
I	8,2063

* efeitos não significativos, menores que 0,358

A análise de variância (Quadro 19) mostra que a regressão é estatisticamente significativa no nível de 95%, $F_{\text{calc}} = 34,3989$, enquanto que o $F_{\text{tab}} = 2,73$. O modelo é linear e sem ajuste, no nível de 95% de confiança, $F_{\text{calc}} = 1,78$ e o $F_{\text{tab}} = 2,45$. O modelo proposto está representado pela equação 4.

$$y = 8,18 + 0,1 a + 1,00 e + 0,26 u + 0,45 al \quad \text{Equação (4)}$$

onde:

a = altura da lâmpada (cm)

e = quantidade de energia de radiação (J/s/m^2)

u = umidade da amostra (%)

al = concentração de ácido láctico (g/100g)

Quadro 19: Análise de variância referente ao ensaio 2.

Fonte de variação	Soma Quadrática	Graus de liberdade	Média Quadrática	Teste F
Regressão	41,5877	4	10,3969	
Resíduos	8,1606	27	0,3022	34,3989 F_{cal}
Falta de ajuste	4,4906	11	0,4082	1,7798 F_{cal}
Erro puro	3,6700	16	0,2294	
Total	49,7483	31		

% de variância explicada = 83,5962

% máxima de variância explicável = 92,6229

A hipótese inicial desse ensaio foi verificar se a reação fotoquímica que ocorre na fécula responsável pela propriedade de expansão poderia se processar em quantidades instantâneas de energia. Assim, pequena quantidade de energia de irradiação seria suficiente para proporcionar expansão aos biscoitos assados. De acordo com o que foi desenvolvido no ensaio, os resultados mostraram que é necessário que o material receba determinada quantidade de energia de irradiação para se obter volume específico desejável, ou

seja, acima de 10 mL/g. Nesse sentido foi realizado o ensaio 3 com o objetivo de aumentar a quantidade de energia radiante fornecida e a dosagem de ácido láctico. Foram mantidos fixos a umidade da amostra a ser irradiada em 45%, a carga em $0,1 \text{ kg/m}^2$, o revolvimento contínuo e a altura da lâmpada entre 4 cm. O experimento foi baseado no planejamento fatorial 2^2 (4 ensaios, com ordem aleatória), em duplicata e um ponto central com três repetições. As variáveis avaliadas encontram-se no Quadro 20.

Quadro 20: Variáveis avaliadas no ensaio 3 em fécula de mandioca acidificada, relacionando energia de radiação e dosagem de ácido láctico.

Tratamento	Nível inferior (-)	Nível superior (+)	Ponto central (zero)
Energia de radiação ($\text{kJ}/0,081 \text{ m}^2$)	9,0	18,0	13,5
Dosagem de ácido láctico ($\text{mg}/100 \text{ g}$)	1,0	1,5	1,25

A matriz do planejamento experimental encontra-se no Quadro 21

Quadro 21: Matriz do planejamento fatorial completo 2^2 com ponto central.

Tratamento	Energia de radiação $\text{kJ}/0,081 \text{ m}^2$	Dosagem de ácido láctico
1	9,0	1,0
2	18,0	1,5
3	9,0	1,0
4	18,0	1,5
5	13,5	1,25
6	13,5	1,25
7	13,5	1,25

Os resultados desse ensaio são apresentados no Quadro 22.

Quadro 22: Valores médios de volume específico em função da quantidade de energia de radiação ultravioleta e concentração de ácido láctico.

Tratamento	Energia de radiação kJ/(0,081 m ²)	Concentração de ácido láctico (g/100 g)	Valor médio volume específico (mL/g)
1	9,0	1,0	11,1
2	18,0	1,0	13,2
3	9,0	1,5	11,4
4	18,0	1,5	14,3
5	13,5	1,25	11,7
6	13,5	1,25	11,9
7	13,5	1,25	12,7

Verifica-se que aumentando o fornecimento de energia radiante de 9,0 kJ para 18,0 kJ em 0,081 m² e a concentração de ácido láctico de 1,0 para 1,5 g/100g de fécula em matéria seca, houve aumento no volume específico dos biscoitos de 11,1 para 14,3 mL/g. O aumento na dosagem de ácido láctico de 1,0 para 1,5 mg/100g de fécula sem considerar a quantidade de energia de irradiação por kg de massa, não proporcionou diferença significativa entre os valores de volume específico. Os tratamentos 1 e 3 apresentaram os valores 11,1 e 11,4 mL/g e 2 e 4, os valores 13,2 e 14,3 mL/g, respectivamente. A interação entre as duas variáveis quantidade de energia radiante por kg de massa e dosagem de ácido láctico apresentou efeito significativo no nível de 95% de confiança. O modelo é linear, sem ajuste e a regressão é estatisticamente significativa. Esses resultados confirmam aqueles obtidos no ensaio 2.