

UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA
DE ALIMENTOS

Josemere Both

**Estudo da formação de massa elaborada com farinha de trigo de grão
inteiro micronizada e enzima xilanase**

Passo Fundo

2017

Josemere Both
(Licenciada em Química)

**Estudo da formação de massa elaborada com farinha de trigo de grão
inteiro micronizada e enzima xilanase**

Dissertação de Mestrado apresentada para
obtenção do título de Mestre em Ciência e
Tecnologia de Alimentos.
Orientador: Luiz Carlos Gutkoski
Co-orientadora: Maria Tereza Friedrich
Linha de pesquisa: Qualidade e propriedades
funcionais de alimentos.

Passo Fundo
2017

**UNIVERSIDADE DE PASSO FUNDO
FACULDADE DE AGRONOMIA E MEDICINA VETERINÁRIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE
ALIMENTOS**

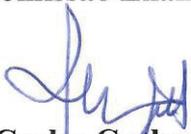
A comissão examinadora, abaixo assinada, aprova a Dissertação de Mestrado

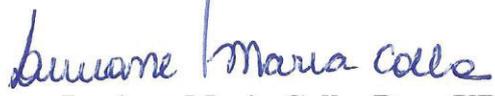
Estudo da formação de massa elaborada com farinha de trigo de grão inteiro
micronizada e enzima xilanase

Elaborada por
Josemere Both

Como requisito parcial para a obtenção do grau de
Mestra em Ciência e Tecnologia de Alimentos

Comissão Examinadora


**Luiz Carlos Gutkoski, Dr., UPF
(Orientador/Presidente)**


Luciane Maria Colla, Dra., UPF


Maria Tereza Friedrich, Dra., UPF


Martha Zavariz de Miranda, Dra., Embrapa Trigo

**Passo Fundo, RS, Brasil
2017**

CIP – Catalogação na Publicação

B749e Both, Josemere
Estudo da formação de massa elaborada com farinha de trigo de grão inteiriomiconizada e enzima xilanase / Josemere Both. – 2017.
156 f. : il. color. ; 30 cm.

Orientador: Prof. Dr. Luiz Carlos Gutkoski.
Coorientadora: Profa. Dra. Maria Tereza Friedrich.
Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos.) – Universidade de Passo Fundo, 2017.

1. Farinha de trigo. 2. Trigo. 3. Enzimas de fungos.
4. Massas alimentícias. I. Gutkoski, Luiz Carlos, orientador.
II. Friedrich, Maria Tereza, coorientadora. III. Título.

CDU: 664

Catálogo: Bibliotecário Luís Diego Dias de S. da Silva – CRB 10/2241

Aos meus pais pelo seu amor, apoio e compreensão.

Ao Gabriel pela paciência indelével e amor incondicional.

A toda a minha família por todo o apoio e carinho demonstrados.

A todos os meus amigos que, de uma maneira ou de outra, estiveram sempre presentes, nos bons e nos menos bons momentos, e me ajudaram neste projeto.

Dedico.

AGRADECIMENTOS

À Deus, por me ceder o dom da vida.

Ao Professor Dr. Luiz Carlos Gutkoski, Professora Dr^a. Maria Tereza Friedrich e a Dr^a. Tatiana Oro, quero transmitir o meu sincero agradecimento pela orientação científica prestada ao longo de todo o trabalho, pela paciência, crescimento pessoal e profissional proporcionado e pela disponibilidade investida durante estes dois anos.

À Dr^a Ana Cláudia Margarites pelos ensinamentos e disponibilidade de ajudar nas análises estatísticas do trabalho.

Aos membros da banca examinadora: Professora Dr^a Luciane Maria Colla e Dr^a. Martha Zavariz de Miranda pela disponibilidade e valiosas sugestões dadas já no processo de qualificação do trabalho.

Aos colaboradores do laboratório de cereais da Universidade de Passo Fundo, Tânia Soster Santetti pelo apoio nas análises e seus valorosos conselhos, amizade e simpatia sempre presentes. Ao Jonas Bregalda que não mediu esforços para nos apoiar na realização das análises e pelo convívio.

As meninas do grupo de pesquisa do laboratório de cereais da Universidade de Passo Fundo, Caroline Vicenzi, Daniela Honnef, Gabriela Soster Santetti, Isadora Strapazon, Joseane Bressiani, Rafaela Devos, Vanessa Esteres pelo apoio na realização das análises e convivência ao longo deste tempo.

As amigas: Ana Paula Bianchi, Kelly Pelc, Natanyelle Aquino, Patricia Costa, Vanessa Maria Carpes, por serem minha família campineira neste período e dividir intensamente os momentos de alegria e dificuldades encontrados.

À empresa Sementes e Alimentos Paraná pelo apoio e fornecimento das amostras de farinha de trigo de grão inteiro micronizadas que viabilizou a realização deste trabalho.

À empresa PROZIN pelo fornecimento da enzima xilanase e viabilização deste trabalho.

À Universidade de Passo Fundo (UPF), em especial ao Programa de Pós Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos (PPGTA), Professores, Alunos e Funcionários, pela amizade, apoio e suporte fornecidos para a realização deste trabalho.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela concessão da bolsa de mestrado.

À minha família pela força e confiança em mim depositada na conclusão de mais uma etapa.

Por fim, a todos que de alguma forma contribuíram com o desenvolvimento deste trabalho.

Muito Obrigada!

RESUMO

A farinha de trigo de grão inteiro tem ganhando espaço na elaboração de produtos, por agregar valor nutricional e comercial aos alimentos. Apesar dos benefícios, a farinha de trigo de grão inteiro tem sua funcionalidade prejudicada pela interação entre os componentes da farinha na formação de massa. As fibras tendem a apresentar efeitos mais acentuados durante a formação de massa, alterando a rede de glúten e as propriedades reológicas. Estes efeitos são alterados quando o tamanho de partículas da farinha é variado. Objetivou-se estudar alterações da massa elaborada com farinha de trigo de grão inteiro adicionada de enzima xilanase, bem como os efeitos causados pelos componentes presentes na farinha obtida por moagem do grão inteiro em moinho de micronização. Para este fim, o trabalho foi realizado em três etapas. A primeira etapa envolveu a caracterização da farinha de trigo de grão inteiro. Na segunda etapa estudaram-se as propriedades de massa utilizando um planejamento experimental em delineamento composto central rotacional, em que foram combinadas as variáveis tamanho de partícula e concentrações de enzima xilanase. A terceira etapa envolveu o estudo da relação de tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase na determinação de compostos fenólicos e liberação de grupos sulfidrilas livres na farinha e na massa. A significância dos dados foi realizada pelo teste de Tukey 95% de intervalo de confiança e pelo emprego da metodologia de superfície de resposta. Os resultados da caracterização físico-química das amostras indicaram que a moagem industrial para produção de farinha micronizada manteve as características de qualidade. Nas propriedades de pasta e determinação de glúten, pode ser evidenciada a ocorrência de interações entre os componentes da farinha, em que as fibras tiveram efeito mais evidente nos menores tamanhos de partículas. No estudo das propriedades massa, o tamanho de partícula da farinha influenciou de forma mais acentuada, que as concentrações de enzima xilanase. Para os tamanhos de partículas das amostras de farinha mais fina e grossa, quando comparadas com a amostra média, ocorreu perda de qualidade na massa resultando em menores volumes dos pães na avaliação da qualidade tecnológica da farinha. Pode ser identificado que a amostra de farinha média em combinação com concentração de enzima de 6,0 g/100 kg foi a que apresentou melhores características de formação de massa. A influência das variáveis de estudo sobre a determinação de compostos fenólicos e grupos sulfidrilas livres apresentou os menores tamanhos de partículas como favoráveis para a maior liberação de compostos fenólicos na massa, bem como a maior liberação de grupos sulfidrilas livres. A atuação da enzima apresentou maior influência nas maiores concentrações para estas análises. Este estudo apresentou uma alternativa para melhorar as características tecnológicas da farinha de trigo de grão inteiro para a elaboração de produtos alimentícios, concluindo que os componentes da farinha apresentaram alterações na formação de massa mais acentuadas quando utilizados tamanhos de partículas maiores e menores que não favoreceram o desenvolvimento de massa, e ainda, a atuação da enzima xilanase apresenta comportamento inesperado com a variação do tamanho da partícula da farinha.

Palavras-chave: Farinha integral. Enzima xilanase. Propriedades de massa. *Triticum aestivum*.

ABSTRACT

Whole grain wheat flour has been gaining ground in the elaboration of products due to the nutritional and commercial value added to foods. Despite the benefits, whole grain wheat flour has its functionality impaired by the interaction between the components of the flour in the dough formation. The fibers tend to have more pronounced effects during dough formation, altering the gluten network and the rheological properties. These effects are altered when the particle size of the flour is varied. The present work aimed to study the changes in the dough produced with whole-grain wheat flour added with xylanase enzyme, as well as the effects caused by the components present in the flour obtained by grinding the whole grain in a micronization mill. To achieve this, the work was carried out in three stages. The first step involved the characterization of whole grain wheat flour. In the second stage, the dough properties were studied using an experimental design in a central rotational compound design, in which the variables particle size and xylanase enzyme concentration were combined. The third step involved the study of the particle size ratio and xylanase enzyme concentration in the determination of phenolic compounds and the release of free sulfhydryl groups in the flour and in the dough. The significance of the data was performed by the Tukey test at 95% confidence interval and by the use of the response surface methodology. The results of the physicochemical characterization of the samples indicated that the industrial grinding for the production of micronized flour maintained the quality characteristics. In the paste properties and determination of gluten, the occurrence of the interactions between the components of the flour, in which the fibers had a more evident effect on the smaller particle sizes, can be evidenced. In the study of dough properties, the particle size of the flour influenced more sharply than the xylanase enzyme concentration. For the particle sizes of the finer and coarse flour samples, there was a loss of quality in the dough when compared to the average sample, resulting in lower loaves volumes in the evaluation of the technological quality of the flour. The average flour sample in combination with enzyme concentration of 6.0 g/100 kg was the one with the best dough formation characteristics. The influence of the study variables on the determination of phenolic compounds and free sulfhydryl groups presented the smaller particle sizes as favorable for the greater release of phenolic compounds in the dough, as well as the greater release of free sulfhydryl groups. The enzyme exerted greater influence in the higher concentrations for these analyses. This study presented an alternative to improve the technological characteristics of whole grain wheat flour for the elaboration of food products, concluding that the components of the flour presented more accentuated changes in the dough formation when larger and smaller particle sizes that do not favor dough formation are used, furthermore, the performance of the xylanase enzyme shows unexpected behavior with the variation of the flour particle size.

Keywords: Whole flour. Xylanase. Enzyme. Dough properties. *Triticum aestivum*.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Representação esquemática dos benefícios da ingestão de fibras	26
Figura 2 - Representação do grão de trigo.....	27
Figura 3 - Elementos estruturais de AX	35
Figura 4 - Representação esquemática do efeito das endoxilanas na qualidade tecnológica do pão	36
Figura 5 – Fluxograma da matéria prima e dos delineamentos experimentais, bem como das variáveis respostas analisada	44
Figura 6- Método Bligh e Dyer utilizado para a determinação do teor de lipídeos de FTGI... 46	
Figura 7 - Fluxograma geral da metodologia utilizada para a determinação da atividade enzimática e α -amilase	49
Figura 8 – Perfil de distribuição granulométrica das amostras de farinha de trigo de grão inteiro e tamanho médio de partícula	57
Figura 9 - Correlação entre tamanhos de partícula e teores de amido danificado.....	60
Figura 10 - Farinhas de trigo de grão inteiro com tamanhos de partículas diferentes.....	63
Figura 11 – Determinação da atividade enzimática nas FTGI	64
Figura 12 – Representação dos efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase na absorção de água da massa de amostras de FTGI.....	71
Figura 13 - Efeito de tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase na absorção de água (AA) da massa elaborada com FTGI	72
Figura 14 - Representação dos efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para estabilidade da massa elaborada com FTGI.....	73
Figura 15 – Efeito de tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase na estabilidade da massa (E) de amostras de FTGI.....	74
Figura 16 - Representação dos efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para o parâmetro tempo de desenvolvimento da massa elaborada com FTGI.....	75
Figura 17 – Efeito de tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase no tempo de desenvolvimento da massa (TDM) elaborada com FTGI	76
Figura 18 - Representação dos efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para o parâmetro de índice de tolerância à mistura da massa elaborada com FTGI.....	77

Figura 19 – Efeito de tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase no índice de tolerância à mistura da massa (ITM) elaborada com FTGI	78
Figura 20 – Representação dos efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para resistência à extensão da massa	80
Figura 21 – Efeito de tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para a resistência à extensão da massa elaborada com FTGI	81
Figura 22 – Representação dos efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para a extensibilidade da massa.....	82
Figura 23 – Efeito de tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para a extensibilidade da massa de amostras de FTGI	83
Figura 24 – Representação dos efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para as características de qualidade volume, firmeza e mastigabilidade dos pães.....	86
Figura 25 – Efeito de tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para o volume específico dos pães de amostras de FTGI	87
Figura 26 – Efeito de tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase na firmeza e mastigabilidade dos pães elaborados com FTGI.....	88
Figura 27 - Pães de forma elaborados com a combinação de diferentes tamanhos de partículas e concentrações variadas de enzima xilanase	90
Figura 28 Representação dos efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para as características de coloração da crosta e miolo dos pães.....	92
Figura 29 - Quantificação de compostos fenólicos totais em FTGI e na massa com presença da enzima xilanase	97
Figura 30 - Determinação de agrupamento sulfidrilas livres em glúten de FTGI com e sem adição de enzima xilanase.....	101
Figura 31 - Microestruturas das massas preparadas com a combinação de tamanhos de partículas da FTGI e concentrações de enzima xilanase.....	102

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Variáveis e níveis do planejamento experimental 2 ²	41
Tabela 2 - Matriz do planejamento experimental com os valores codificados e reais	42
Tabela 3 - Caracterização físico-química das amostras de FTGI expressos em base seca	61
Tabela 4 - Avaliação da cor das amostras de FTGI.....	62
Tabela 5 - Propriedades de pasta das amostras de FTGI.....	65
Tabela 6 - Determinação e características de cor e resíduo mineral fixo do glúten	68
Tabela 7 – Valores experimentais das determinações de absorção de água (AA), estabilidade da massa (E), tempo de desenvolvimento da massa (TDM) e índice de tolerância à mistura (ITM) da massa de amostras de FTGI com diferentes tamanhos de partícula e concentrações de enzima xilanase.....	71
Tabela 8 – Valores experimentais das determinações de propriedades de resistência à extensão e extensibilidade da massa elaborada com FTGI com diferentes tamanhos de partícula e concentrações de enzima xilanase	79
Tabela 9 – Valores experimentais das avaliações das características de qualidade tecnológicas de pães elaborados com FTGI de diferentes tamanhos de partícula e concentrações de enzima xilanase	85
Tabela 10 - Quantificação de compostos fenólicos solúveis, insolúveis e totais em FTGI e na massa elaborada com presença da enzima xilanase.....	96
Tabela 11 - Determinação de agrupamento sulfidrila livres em glúten de FTGI com e sem adição de enzima xilanase	99
Tabela 12 - Estimativa dos efeitos das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para os parâmetros de propriedades de mistura da massa e propriedades de resistência à extensão e extensibilidade.....	151
Tabela 13 - Estimativa dos efeitos das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para o perfil de textura dos pães	152
Tabela 14 - Estimativa dos efeitos das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para as características de coloração interna e externados pães	153
Tabela 15 - Análise de variância para os parâmetros de propriedades de mistura da massa e resistência à extensão e extensibilidade envolvendo as variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase.....	154

Tabela 16 - Análise de variância para o perfil de textura e coloração interna e externa dos pães envolvendo as variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase 155

Tabela 17 - Representação do modelo matemático empírico de 2ª ordem obtido para as resposta do estudo de propriedades de massa e avaliação tecnológica da FTGI 156

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

AA: absorção de água

E: estabilidade

FF: farinha fina

FG: farinha grossa

FM: farinha média

FTGI: farinha de trigo de grão inteiro

FUF: farinha ultrafina

FUG: farinha ultragrossa

ITM: índice de tolerância à mistura

L*: luminosidade

a*: coordenada de cromaticidade a*

b*: coordenada de cromaticidade b*

TDM: tempo de desenvolvimento da massa

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	23
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	25
2.1	FARINHA DE TRIGO DE GRÃO INTEIRO (FTGI) E OS BENEFÍCIOS À SAÚDE.....	25
2.2	ESTRUTURA E COMPOSIÇÃO DO GRÃO DE TRIGO.....	27
2.3	PRODUÇÃO DE FARINHA DE TRIGO DE GRÃO INTEIRO (FTGI)	29
2.4	TAMANHO DE PARTÍCULA DA FTGI E PROPRIEDADES DE FORMAÇÃO DE MASSA.....	31
2.5	POLISSACARÍDEOS NÃO AMILÁCEOS	34
2.6	EMPREGO DE ENZIMAS NA AVALIAÇÃO DE CARACTERÍSTICAS DA MASSA E DE QUALIDADE DE PÃO.....	37
3	MATERIAL E MÉTODOS	41
3.1	FARINHA DE TRIGO DE GRÃO INTEIRO E ENZIMA.....	41
3.2	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL	41
3.3	ETAPA 1: CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E PROPRIEDADES DE PASTA.....	45
3.3.1	Tamanho médio de partícula	45
3.3.2	Amido danificado	45
3.3.3	Umidade	45
3.3.4	Teor de proteínas	45
3.3.5	Teor de lipídeos	46
3.3.6	Resíduo mineral fixo	47
3.3.7	Acidez graxa.....	47
3.3.8	Fibra alimentar total.....	47
3.3.9	Cor	47
3.3.10	Atividade enzimática	47
3.3.10.1	<i>Obtenção de extrato</i>	48
3.3.10.2	<i>Determinação</i>	48
3.3.11	Número de queda.....	49
3.3.12	Propriedades de pasta	50
3.3.13	Glúten	50

3.3.13.1	<i>Cor do glúten</i>	50
3.3.13.2	<i>Teor de resíduo mineral fixos do glúten</i>	50
3.4	ETAPA 2: PROPRIEDADES DE MASSA	51
3.4.1	Propriedades de mistura da massa	51
3.4.2	Resistência à extensão e extensibilidade.....	51
3.4.3	Teste de panificação	51
3.4.4	Avaliação das características de qualidade dos pães	52
3.4.4.1	<i>Volume específico</i>	52
3.4.4.2	<i>Perfil de textura</i>	53
3.4.4.3	<i>Cor dos pães</i>	53
3.5	ETAPA 3: RELAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULA E CONCENTRAÇÃO DE ENZIMA XILANASE NA DETERMINAÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS E LIBERAÇÃO DE SULFIDRILAS LIVRES NA MASSA	53
3.5.1	Compostos fenólicos totais, solúveis e insolúveis	54
3.5.1.1	<i>Extração dos compostos fenólicos solúveis</i>	54
3.5.1.2	<i>Extração dos compostos fenólicos insolúveis</i>	54
3.5.1.3	<i>Determinação de compostos fenólicos solúveis, insolúveis e totais</i>	54
3.5.2	Grupos sulfidrilas livres	55
3.5.3	Morfologia da massa	56
3.6	ANÁLISE ESTATÍSTICA	56
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	57
4.1	CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E PROPRIEDADES DE PASTA	57
4.1.1	Tamanho médio de partícula.....	57
4.1.2	Amido danificado.....	59
4.1.3	Caracterização físico-química.....	61
4.1.4	Avaliação da cor das farinhas de grão inteiro	62
4.1.5	Atividade amilolítica e α -amilase	63
4.1.6	Redução do tamanho de partícula da FTGI e seus efeitos nas propriedades de pasta.....	65
4.1.7	Determinação e características de cor e teor de resíduo mineral fixo do glúten.....	67
4.2	ESTUDOS DE PROPRIEDADES DE MASSA	70
4.2.1	Propriedades de mistura da massa	70

4.2.2	Resistência à extensão e extensibilidade da massa.....	79
4.2.3	Avaliação da qualidade tecnológica da farinha na elaboração de pães	84
4.2.4	Escolha dos ensaios para análises químicas e de morfologia da massa	94
4.3	RELAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULA E CONCENTRAÇÃO DE ENZIMA XILANASE NA DETERMINAÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS E LIBERAÇÃO DE SULFIDRILAS LIVRES NA MASSA.....	96
4.3.1	Determinação de compostos fenólicos totais, solúveis e insolúveis	96
4.3.2	Determinação dos grupos sulfidrilas livres	98
5	CONCLUSÃO.....	105
	REFERÊNCIAS	107
	APÊNDICE A – ARTIGO CIENTÍFICO	117
	APÊNDICE B – TABELAS COM AS ESTIMATIVAS DOS EFEITOS DAS VARIÁVEIS E REPRESENTAÇÕES DOS MODELOS MATEMÁTICOS EMPÍRICOS DE 2ª ORDEM	151

1 INTRODUÇÃO

O trigo é considerado um dos cereais de grande importância no Brasil, desempenhando papel socioeconômico e nutricional de destaque na alimentação humana, sendo fonte importante de carboidratos, vitaminas, minerais e fibras (FROLICH, 2013; OKARTER; LIU, 2010). Seu consumo pode ser realizado na forma “*in natura*” como trigo integral ou através da produção de farinhas, utilizadas para elaborar diversos produtos alimentícios. A farinha de trigo de grão inteiro representa importante matéria prima para a indústria de produtos integrais que é um mercado que caminha para novos desafios.

A produção de alimentos com a utilização de farinha de trigo de grão inteiro apresenta dificuldades tecnológicas que perpassam os ramos de moagem de trigo e as indústrias de elaboração de alimentos. Uma das principais demandas encontradas pelas indústrias que utilizam a FTGI é a compreensão dos fenômenos de formação de massa. Como a farinha de trigo de grão inteiro apresenta características diferenciadas da farinha de trigo por conter todas as partes do grão (farelo, gérmen e endosperma), o processo de interação entre os componentes da matriz da farinha torna-se diferente alterando as propriedades de formação de massa.

Nos processos de formação de massa os maiores efeitos estão relacionados com as fibras, que causam alteração na absorção de água e descontinuidade da rede de glúten. Estes efeitos estão sujeitos a alterações quando o tamanho de partícula da farinha de trigo de grão inteiro é variado. Bressiani (2016) indicou que grande parte dos efeitos físicos e químicos provocados pelo tamanho de partícula nas propriedades de massa e panificação são relacionados com a qualidade da rede de glúten. Além disso, os efeitos apontados não apresentam uma tendência quando o tamanho de partícula aumenta ou diminui, a partir de tamanho intermediário, apresentando intensidades diferentes com as variações de tamanho de partícula (LI et al., 2012; NOORT, 2010). Estas instabilidades nos processos de formação de massa tornam-se um desafio para utilização das FTGI, principalmente na elaboração de alimentos em que a qualidade da massa é um fator decisivo no produto final.

Apesar de encontrarmos estudos que abordam os efeitos da variação do tamanho de partícula, o processo de formação de massa ainda apresenta dificuldades para indicar os efeitos responsáveis pelas alterações sobre as propriedades de massa.

Uma alternativa para compreender as influências dos componentes da matriz da farinha de trigo de grão inteiro na formação de massa é a variação do tamanho de partícula da farinha em combinação com concentrações de enzima xilanase.

As enzimas xilanases, são utilizadas como melhoradores tecnológicos na indústria de alimentos e têm a característica de atuar sobre a composição estrutural do farelo, hidrolisando os arabinosilanos (fibras) em fragmentos menores. Esta despolimerização das fibras pode mudar as características do farelo na massa, alterando os mecanismos de agregação das proteínas para a formação de massa, através de ligações químicas durante o amassamento (BOCK et al., 2013), podendo ajudar a compreender melhor os efeitos adversos causados pelos componentes da farinha de trigo de grão inteiro na formação de massa.

Diante deste contexto, este trabalho visou estudar alterações da massa elaborada com farinha de trigo de grão inteiro adicionada de enzima xilanase, bem como os efeitos causados pelos componentes presentes na farinha de trigo de grão inteiro (micronizada). Para este fim, o trabalho contou com os objetivos específicos:

- Caracterizar as farinhas de trigo de grão inteiro com diferentes tamanho de partícula;
- Estudar as interferências dos componentes da farinha nas propriedades de massa, bem como os efeitos da adição da enzima xilanase na formação de massa; e
- Avaliar a influência da variação do tamanho de partícula da farinha e as concentrações de enzima xilanase na determinação de compostos fenólicos e de grupos sulfidrilas livres na farinha e na massa elaborada com FTGI.

Este estudo possibilitou compreender melhor a formação da massa, com possíveis intervenções tecnológicas visando a melhoria dos processos de moagem e de produção de alimentos com FTGI. Além disso, permitiu dar continuidade aos estudos envolvendo a farinha de trigo de grão inteiro desenvolvidos pelo grupo de pesquisa do Laboratório de Cereais, vinculado à linha de pesquisa qualidade e propriedades funcionais de alimentos, através da caracterização de matérias-primas e desenvolvimento de novos produtos alimentícios.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 FARINHA DE TRIGO DE GRÃO INTEIRO (FTGI) E OS BENEFÍCIOS À SAÚDE

A produção e a comercialização de alimentos funcionais estão em constante desenvolvimento, buscando atender consumidores cada vez mais exigentes. Nesta perspectiva, os alimentos não se destinam apenas a satisfazer a fome e fornecer os nutrientes necessários, mas também, prevenir doenças relacionadas com a nutrição e a melhora do bem estar físico e mental dos consumidores (BETORET et al., 2011).

Os cereais integrais são utilizados para a elaboração de alimentos funcionais, por conter uma variedade de polímeros da parede celular não digerível (fibras), minerais, vitaminas e fitoquímicos com ação bioativa. Os principais produtos à base de cereais na alimentação são os cereais matinais e integrais consumidos com o mínimo de processamento como arroz integral, aveia, cevada e FTGI. A FTGI possibilita a elaboração de uma vasta variedade de produtos por apresentar características tecnológicas diferenciadas. Por definição, a FTGI deve conter todos os componentes anatômicos nas mesmas proporções que na cariopse intacta, abrangendo endosperma, germe e farelo (AACC, 2008).

Muitas das doenças crônicas degenerativas (DCD) são provenientes de hábitos alimentares inadequados, envolvendo dietas ricas em energia e deficiente em fibras e compostos fitoquímicos. Os compostos fitoquímicos estão presentes em alimentos de origem vegetal como as frutas, legumes, grãos e quando ingeridos proporcionam benefícios à saúde (LIU, 2004).

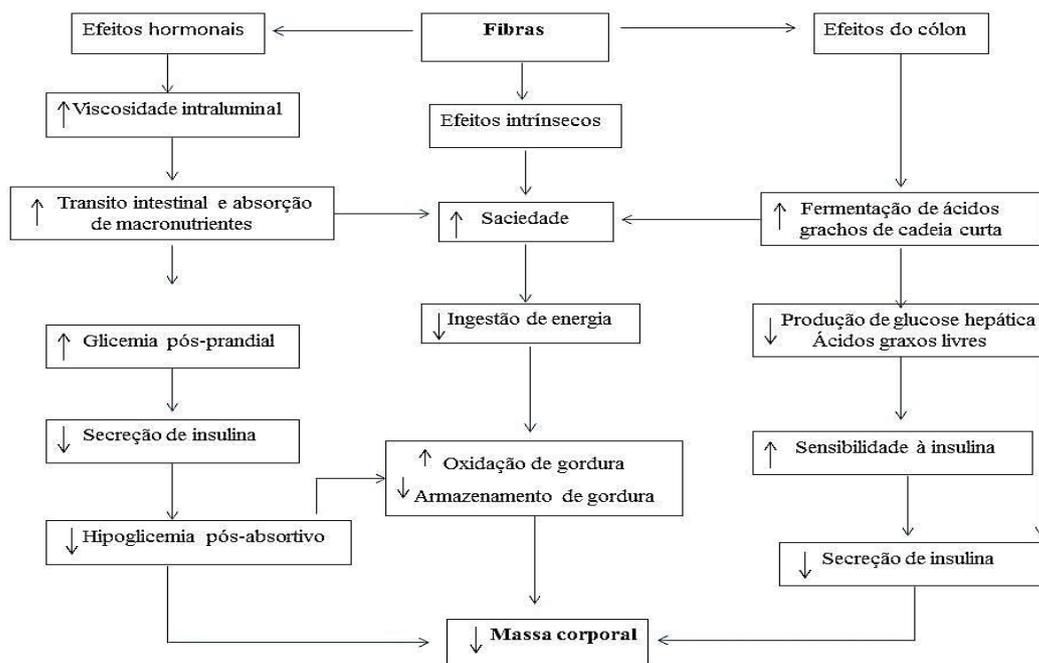
Estudos epidemiológicos têm relacionado consumo de FTGI e baixo risco de doenças crônicas degenerativas (BJÖRCK et al., 2012; BELOBRAJDIC; DAMIEN BIRD, 2013; MANN; CUMMINGS, 2009). Além dos fitoquímicos, incluindo compostos fenólicos, carotenóides, vitamina E, lignanas, β -glucanas, inulina, amido resistente, esteróis, e fíatos, o trigo é fonte de fibras, vitaminas, minerais e (LIU, 2007), com variação de teores em função da cultivar, características morfológicas e condições edafoclimáticas.

Os compostos fenólicos são produtos secundários do metabolismo das plantas, com reconhecida atividade antioxidante. A maioria dos estudos relaciona a atividade antioxidante dos ácidos fenólicos com a capacidade de eliminar radicais livres, prevenindo a oxidação de moléculas essenciais ao metabolismo (LIU, 2007). Segundo Sang e Zhu (2014) a ingestão de

fibras pode diminuir o risco de câncer de colón em humanos. Este benefício está relacionado com a resistência das fibras durante a digestão estomacal, possibilitando sua passagem até o intestino, onde ocorre a fermentação das fibras com o auxílio da flora intestinal e a liberação de ácidos fenólicos, estes por sua vez, absorvidos no cólon, podem reduzir o estresse oxidativo das células.

A ingestão de fibras alimentares pode auxiliar no controle de sobrepeso e obesidade (NG et al., 2014). A relação das fibras com manutenção da massa corporal é explicada através de vários mecanismos fisiológicos que incluem o aumento da saciedade e a melhoria do trânsito intestinal e aumento do volume fecal. Estes mecanismos permitem a fermentação das fibras pela microflora do cólon, produzindo ácidos graxos de cadeia curta, reduzindo o conteúdo de lipídeos no sangue, bem como o índice glicêmico dos alimentos (Figura 1).

Figura 1 - Representação esquemática dos benefícios da ingestão de fibras



Fonte: Adaptado de Fardet (2010).

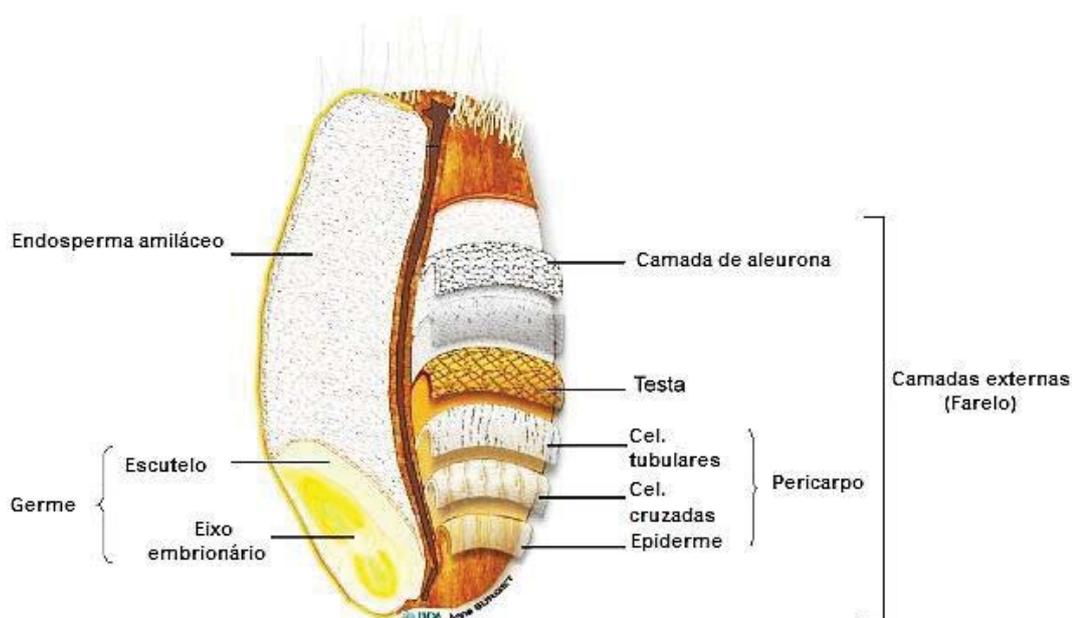
Fardet (2010) relatou que a produção de ácidos graxos de cadeia curta melhora a sensibilidade dos tecidos à insulina, prevenindo risco de doenças arteriais coronarianas, hipertensão e diabetes tipo II. Outras evidências científicas de estudos prospectivos e estudos observacionais epidemiológicos (FROLICH, 2013; OKARTER; LIU, 2010) sugerem que os efeitos protetores dos alimentos integrais, em comparação com grãos refinados, são devido a

atuação sinérgica de diferentes compostos presentes na FTGI, incluído fibras, micronutrientes (vitaminas e minerais) e fitoquímicos com ação bioativa.

2.2 ESTRUTURA E COMPOSIÇÃO DO GRÃO DE TRIGO

A disposição dos diferentes tecidos que constituem o grão de trigo é geralmente descrito em termos da sua origem e estrutura embriogênica, considerando três partes principais: endosperma, germe e as camadas periféricas ou externas, chamada de farelo. A Figura 2 mostra as principais partes do trigo. 5

Figura 2 - Representação do grão de trigo



Fonte: Adaptado de Surget e Barron (2005).

O endosperma representa 80 a 85% do grão e é composto essencialmente de grânulos de amido incorporados em uma matriz proteica. A glicose é o principal monossacarídeo (96%) do endosperma amiláceo, que contém apenas 2% de arabinoxilanos (BARRON et al., 2007; GOESAERT et al., 2008). Comercialmente, o setor destina a maior parte da produção de trigo para o consumo humano, através da moagem e obtenção da farinha de trigo tradicional (refinada), utilizada na elaboração de produtos de panificação.

O gérmen representa entre 2 e 3% do peso total do grão de trigo e é composto pelo embrião e o escutelo. O gérmen é rico em lipídeos, proteínas, açúcares, minerais, vitaminas e

esteróis. O gérmen de trigo tem sido sugerido como um ingrediente alimentar com alto valor nutricional, rico em substâncias bioativas (RIZZELLO et al., 2010). Apesar das vantagens nutricionais, a elaboração de produtos com a incorporação de gérmen de trigo afeta significativamente as propriedades físico-químicas, características reológicas e a microestrutura da massa, ocasionando mudanças de textura no produto (RU SUN et al., 2015).

As camadas externas do grão de trigo podem ser recuperadas durante o processo de moagem em uma fração tecnológica chamada farelo (13-17% do grão) e tem como função biológica na planta a proteção do endosperma amiláceo durante a maturação fisiológica do grão (EVERS; BECHTEL, 1988). O farelo de trigo, composto por polissacarídeos não amiláceos é a fração de maior interesse em estudos envolvendo alimentos de grão inteiro de trigo, por apresentar propriedades nutricionais desejáveis e influenciar nas características tecnológicas de produtos de panificação.

As camadas externas do grão são compostas por diferentes tecidos com propriedades e composições distintas, como pericarpo, camada de aleurona, testa e resíduos do endosperma (HEMERY, 2007). Entre os diferentes tecidos a camada de aleurona é apontada como a mais importante nutricionalmente, pois concentra a maior parte das fibras, minerais, vitaminas, arabinosilanos, β -glucanos, proteínas, compostos fenólicos e outros compostos fitoquímicos com ação bioativa. Esta fração apresenta uma matriz complexa, em que os compostos bioativos estão incorporados ou ligados na parede celular do grão (ROSA-SIBAKOV et al., 2015).

A camada de aleurona apresenta a maior concentração de compostos fenólicos, dos quais, os mais abundantes pertencem à classe dos ácidos hidroxicinâmicos. O principal composto fenólico é o ácido ferúlico, seguido de ácidos diferúlico, ácido sinápico e ácido p-coumárico. A atividade antioxidante nesta fração do grão é relacionada à elevada concentração de compostos fenólicos, os quais representam um dos maiores e mais complexos grupos de fitoquímicos no grão de trigo. O ácido ferúlico, presente no farelo de trigo, está ligado a arabinosilanos por ligações éster nas células de aleurona (98%), e em quantidades menores na forma livre ou conjugada, formando redes de ligações cruzada intra ou intermolecular (APPRICH et al., 2013; ROSA et al., 2013; ANNICA et al., 2014).

Mateo Anson et al. (2008) em seus estudos, relacionaram a proporção da camada de aleurona com a atividade antioxidante do grão inteiro de trigo, sendo que, quanto maior a proporção da camada de aleurona maior a capacidade antioxidante observada. Outros ainda apontam a distribuição não uniforme dos compostos fenólicos no grão, podendo variar de

acordo as cultivares, interferências sazonais, composição do solo e oscilações climáticas (APPRICH et al., 2013; PRÜCKLER et al., 2014).

A função dos compostos fenólicos presentes no grão de trigo não está completamente elucidada (ANDERSON et al., 2014). Contudo sabe-se que os ácidos fenólicos estão envolvidos na estabilização da estrutura da parede celular e na defesa física e química dos grãos evitando o ataque de microrganismos, parasitas e outros elementos estranhos que colocam em risco a integridade do grão.

2.3 PRODUÇÃO DE FARINHA DE TRIGO DE GRÃO ONTEIRO (FTGI)

A produção de FTGI é realizada através da moagem a seco sem separação de farinha, farelinho e farelo, ou seja, o grão é moído como um todo obtendo uma única fração (JONES et al., 2015). Para a *american association of cereal chemists* (AACC), a definição de FTGI segue os princípios utilizados para grãos integrais, em que a farinha obtida permanece com as mesmas proporções de farelo, germe e endosperma do grão de trigo (AACC, 1999).

A FTGI pode ser caracterizada a partir do processo de moagem. A moagem por fluxo único mantém todas as porções do grão de trigo durante o processo e gera apenas uma fração ao final da moagem. A farinha obtida através deste processo é chamada de FTGI ou farinha integral (BRASIL, 2005). Comercialmente, pode-se ter a farinha reconstituída, que é elaborada por recombinação das frações após a moagem. Este processo geralmente utiliza o moinho de rolos, em que são obtidas três frações separadas com auxílio de peneiras por tamanhos de partícula. As partículas que são demasiadamente grandes podem ser reprocessadas até atingirem o tamanho desejado. Ao final do processo, todas as frações separadas durante a moagem são recombinadas para formar a FTGI, que tem as proporções de farelo, germe e endosperma similar ao dos grãos do lote original (JONES et al., 2015).

A farinha recombinação pode ser elaborada pela mistura do farelo, germe e endosperma em proporções que existiam no grão de trigo intacto. A diferença desta FTGI para as demais é a forma de obtenção destas frações, que podem ser provenientes de diferentes lotes processados e diferentes fornecedores, ou ainda, adquiridos separadamente para posterior recombinação. A farinha integral recombinação possibilita que outros segmentos, além de moinhos, possam reconstituir as frações de farelo, germe, endosperma nas mesmas proporções do grão de trigo e os produtos elaborados a partir deste material são chamados de reconstituídos (JONES et al., 2015).

Os processos de moagem e os tamanhos de partícula da FTGI são fatores que interferem nas características tecnológicas da massa. Vários estudos apontam que o processo de moagem do grão é um ponto chave para a obtenção de uma FTGI de qualidade (CUBADDA et al., 2009; HEMDANE et al., 2015; LIU et al., 2015). Os quatro principais processos utilizados na moagem de trigo inteiro são pedra, rolos, facas e martelos. Os moinhos de martelos e o de pedra geram energia em forma de calor, o que sobreaquece o material causando danos ao amido, proteínas, ácidos graxos insaturados e, conseqüentemente, perdas de qualidade da FTGI (POSNER et al., 2005). O moinho de facas é frequentemente utilizado em escala laboratorial para a produção de FTGI ultrafina ou micronizada. A temperatura de moagem normalmente é controlada, o que evita o sobreaquecimento. Este tipo de moagem é utilizado na realização de estudos de microestrutura do grão de trigo, pois permite obter partículas com tamanho inferior a 50 μm (HEMDANE et al., 2015).

O processo de moagem convencional é uma tecnologia amplamente empregada na obtenção de farinha refinada (branca), por ser uma técnica eficiente que mantém a qualidade da farinha ao final do processo de moagem do grão. Nesta técnica, o processo envolve primeiramente a quebra do grão e subsequente separação do endosperma do farelo e do germe, seguido de redução gradual do tamanho do endosperma, através da ação de cisalhamento. Por meio de uma série de peneiras e ou purificadores os produtos da moagem são separados e classificados de acordo com o tamanho das partículas e densidade. São obtidos nesta etapa o farelo, gérmen e a farinha de quebra, sendo as partículas intermediárias enviadas ao sistema de redução, que emprega rolos lisos e produzem partículas finas de farinha através da ação de compressão e são novamente peneiradas, separando a farinha de redução e o farelo (ATWELL, 2001; GERMANI, 2008).

Em moagem comercial, a obtenção de FTGI com tamanhos de partícula muito finas é uma técnica emergente, em que há um aumento de interesse em sua aplicação no ramo alimentício (PROTONOTARIOU et al., 2015). A técnica de micronização de FTGI em escala industrial mais tradicional envolve a moagem dos grãos com jatos de ar forçados durante a redução do tamanho de partícula, o que possibilita a manutenção da temperatura durante o processo e as características dos componentes da farinha. A redução é realizada por aceleração das partículas em uma corrente de ar de alta velocidade, resultando em colisões interpartículas ou ainda, por impactos contra uma superfície sólida abrasiva (CHAU et al., 2006; KIN et al., 2013).

2.4 TAMANHO DE PARTÍCULA DA FTGI E PROPRIEDADES DE FORMAÇÃO DE MASSA

Na FTGI todas as frações estão presentes influenciando de forma desfavorável o seu emprego em produtos de panificação. Enquanto isso, na farinha de trigo é separado o farelo, o que possibilita maior versatilidade na elaboração de produtos, em que as proteínas formadoras do glúten (gliadinas e gluteninas) conferem características viscoelásticas à massa que ocorre durante a hidratação e ação mecânica (WANG et al., 2007). A viscosidade necessária para o desenvolvimento da massa é devido às propriedades da gliadina, enquanto as gluteninas proporcionam força e elasticidade (WIESER, 2007).

De forma genérica, as gluteninas são polímeros formados por subunidades de alto e de baixo peso molecular, que se unem por ligações de dissulfeto intermoleculares. Os resíduos dos aminoácidos cistina e cisteína são responsáveis pelas ligações dissulfeto, determinando as características tecnológicas da massa. Por sua vez, as gliadinas estão presentes em menor quantidade e são proteínas monoméricas que possuem ligações ou cadeias dissulfeto intramoleculares não participando das ligações intermoleculares (MELLADO, 2006).

A quantidade e a qualidade das proteínas formadoras do glúten determinam as propriedades reológicas da massa e de retenção de gás durante o processo de fermentação, sendo essenciais para a elaboração dos produtos, em que a relação de viscosidade e elasticidade varia conforme o uso final da farinha de trigo. Um equilíbrio entre as quantidades de gliadina e glutenina é necessário para garantir a funcionalidade do glúten na elaboração de pão (VERAVERBEKE; DELCOUR, 2002).

A FTGI contém mais vitaminas, minerais, antioxidantes e outros nutrientes em comparação com farinha de trigo, uma vez que esses compostos estão concentrados nas partes periféricas do grão (WEAVER, 2001). A manutenção de todas as frações do grão afeta a formação da rede glúten devido a presença das fibras e demais compostos químicos. Os efeitos negativos são variados quando o tamanho de partícula é reduzido, alterando a reologia da massa, textura e qualidade sensorial dos produtos (ROSA et al., 2013; LE BLEIS et al. 2015).

Hipóteses sugeridas sobre as causas de perda da qualidade da FTGI incluem a diluição das proteínas formadoras da rede glúten pela presença das camadas externas do grão, e a competição pela água entre os constituintes da farinha. Essa é uma possível explicação do efeito prejudicial nas propriedades da massa, no qual ocorre aumento na absorção de água e

diminuição na estabilidade. A exposição dos grupos hidroxilas na superfície do farelo permite maior interação da água com as camadas do grão, através de ligação de pontes de hidrogênio, as quais prejudicam a formação de pontes dissulfeto (ROSELL et al., 2001). Bock et al. (2013) observaram redistribuição das moléculas de água entre os componentes da massa, quando o farelo de trigo é adicionado a farinha. A presença do farelo resulta em desidratação parcial das proteínas e alterações estruturais da rede de glúten. Este fenômeno é atribuído aos arabinosilanos ligados à celulose da parede celular do trigo (WANG, 2002).

Os efeitos indesejados sobre a rede de glúten podem ocorrer de forma combinada através de mecanismos físicos e químicos. O mecanismo físico está relacionado com o tamanho de partícula e a redistribuição das moléculas de água durante a formação de massa. O mecanismo químico está relacionado com a presença do ácido ferúlico ligado aos arabinosilanos (NOORT, 2010). Wang et al. (2004) relatou que os arabinosilanos dificultam a formação das ligações sulfídricas, sendo atribuído ao ácido ferúlico a ligação entre arabinosilanos e proteínas, promovendo a descontinuidade na formação da rede de glúten.

O tamanho de partícula tem sido relatado como um dos maiores interferentes sobre as propriedades tecnológicas da FTGI (CUBADDA et al., 2009). Uma forma de investigar a formação de massa a partir da utilização de FTGI está relacionada com os métodos reológicos, que permitem investigações durante o processo de formação e mistura da massa. Entre os métodos reológicos a farinografia e extensografia têm uma posição dominante, baseada em décadas de experiência na tecnologia de desenvolvimento e elaboração de massas (BLOKSMA; BUSHUK, 1988; MIŠ, et al., 2012). A farinografia é uma análise sensível que identifica alterações causadas pelas fibras na fase de desenvolvimento e mistura da massa, enquanto que, a extensografia permite avaliar o comportamento da massa nas fases que antecedem o cozimento do pão, pois permite longos tempos de análise, possibilitando a identificação de alterações estruturais causadas por processos bioquímicos lentos, ocasionados tanto por fatores internos como a atividade natural da farinha e externos, pela adição de farelo e outros componentes nutritivos ou melhoradores tecnológicos (KTENIOUDAKI, et al., 2010; BOITA, et al., 2016).

Estes métodos são frequentemente utilizados para estudos envolvendo propriedades de massa de FTGI. Estudos iniciais utilizando a reincorporação de farelo fino foram realizados por Zhang e Moore (1997) com tamanho de partícula médio de 278 μm , em que a presença das fibras reduziu o tempo de mistura, índice de tolerância da massa em relação ao farelo grosso com tamanho médio de partícula de 609 μm . Li et al. (2012) relataram que o pão elaborado a partir de FTGI com tamanho médio de partícula de 96,99 μm apresentou melhor

qualidade de cozimento, enquanto que os pães elaborados com os tamanhos de partículas de 50,21 e 235,40 μm apresentaram qualidade inferior aumentando a extensibilidade da massa com a redução do tamanho de partícula.

Os relatos de Li et al. (2012) podem ser justificados por estudos realizados por Noort (2010), em que partículas de menor tamanho apresentam maior superfície de contato, proporcionando assim, mais interações entre os compostos fitoquímicos, em especial os monômeros de ácido ferúlico ligados a arabinosilanos insolúveis, aumentando as interações com as proteínas do glúten e modificando sua funcionalidade. Os compostos fenólicos presentes no grão de trigo tem influência direta nas propriedades tecnológicas da FTGI. Alguns fatores como a moagem do grão (tratamento mecânico), tratamento térmico e enzimático afetam a disponibilidade de ácidos fenólicos na FTGI.

O processo de micronização com produção de FTGI ultrafina é colocado como uma técnica que favorece a exposição dos compostos fenólicos, sendo diretamente proporcional com a redução do tamanho de partícula do farelo. Rosa et al. (2013) relataram em seus estudos que a moagem ultrafina aumentou a biodisponibilidade dos ácidos fenólicos no farelo. Este estudo demonstrou que a moagem não afetou a concentração total de ácido ferúlico e sua forma química (livre, conjugado ou ligado), no entanto, a atividade antioxidante do farelo aumentou 1,5 vezes quando o tamanho médio de partícula foi reduzido de 172 μm a 30 μm . Os autores concluíram que o aumento da atividade antioxidante do farelo de trigo não foi causado pela liberação de ácidos fenólicos, mas por uma melhor exposição das frações fenólicas após o aumento da superfície de contato das camadas periféricas do grão.

Os tratamentos enzimáticos estão associados aos processos fermentativos do farelo de trigo. A principal influência está relacionada ao mecanismo de hidrólise das paredes celulares pelas enzimas, aumentando a biodisponibilidade dos compostos fenólicos ligados e conjugados (DORDEVIC et al., 2010).

As hemicelulases auxiliam na hidrólise dos arabinosilanos e atuam sobre a molécula de ácido ferúlico. Wang et al. (2002, 2004) trabalharam com diferentes concentrações da enzima xilanase (solução de 1 mg/ml de solução de arabinosilanos), de ácido ferúlico ($0,5 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$), de forma isolada e em sinergia com a enzima para modificar as estruturas de arabinosilanos, sendo verificado melhoria na formação e na quantidade de glúten. Estes resultados foram obtidos com farinha de trigo e podem não ser similares quando empregada FTGI, por apresentar uma matriz mais complexa pela presença das fibras.

São poucos os estudos que investigam o comportamento de formação de massa de FTGI com adição de xilanase (WANG et al., 2004; GHOSHAL; SHIVHARE; BANERJEE,

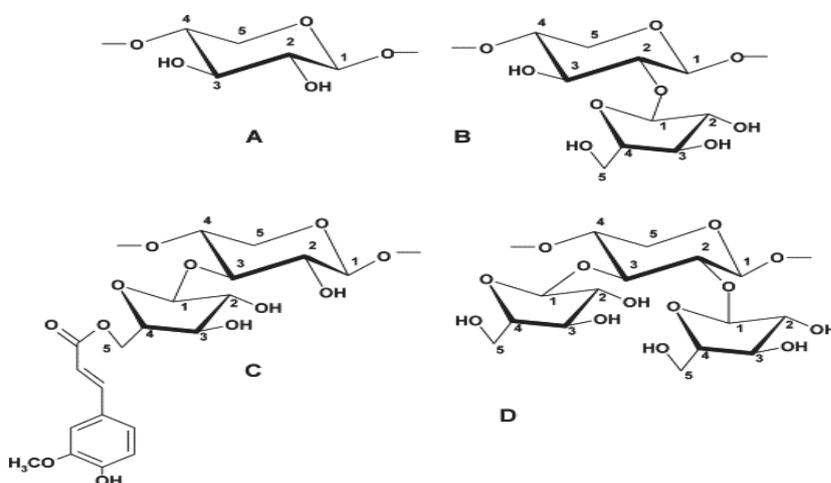
2016). A utilização da enzima xilanase pode apresentar uma forma de atuação muito semelhante sobre a fração de compostos fenólicos, em virtude de sua atuação na degradação parcial dos arabinoxilanos.

2.5 POLISSACARÍDEOS NÃO AMILÁCEOS

A FTGI apresenta maiores teores de polissacarídeos não amiláceos em comparação com a farinha de trigo, sendo esses importantes no processamento e na qualidade de produtos de panificação (GOESAERT et al., 2005). Os principais polissacarídeos não amiláceos presentes na parede celular do grão de trigo são os arabinoxilanos (AX), β -glicanas, celulose e peptídeos arabinogalactanos (HENRY, 1985). O teor de polissacarídeos não amiláceos na fração farelo pode variar de 10,9 a 26% com base no total de matéria seca, enquanto a farinha de trigo contém entre 1,42 e 8%. A concentração varia com as condições de cultivo e a cultivar de trigo analisada (PRÜCKLER et al., 2014), bem como condições edofoclimáticas.

O principal polissacarídeo não amiláceo do farelo de trigo são os arabinoxilanos (69%), também conhecidos como pentosanas. Estes carboidratos são constituídos por uma cadeia linear principal formada por unidades de D-xilopiranosil, com ligações β -(1-4), podendo ser não-substituída, mono-substituída na posição C(O)-3 e C(O)-2, ou di-substituída nas posições C(O)-3 e C(O)-2 com unidades de α -L-arabinofuranosil (ORDAZ-ORTIZ; SAULNIER, 2005). Os arabinoxilanos existem na forma livre e associados a proteínas, podendo ser divididos em arabinoxilanos extraíveis em água (WEAX - *water extractable arabinoxylans* - 25% do total) e arabinoxilanos não-extraíveis em água (WUAX - *water unextractable arabinoxylans* - 75% do total) (COURTIN; DELCOUR, 2001; PRIMO MARTÍN et al., 2005). O composto fenólico dominante no trigo (ácido ferúlico) é encontrado aleatoriamente esterificado com α -L-arabinofuranose no C5, conferindo atividade antioxidante na FTGI (FAUSCH et al., 1963). As estruturas estão representadas na Figura 3.

Figura 3 - Elementos estruturais de AX: (A) resíduo D-xilopiranosose não substituído; (B) resíduo D-xilopiranosose substituído em C(O)-2 com um resíduo L-arabinofuranose; (C) resíduo D-xilopiranosose substituído em C(O)-3 com um resíduo L-arabinofuranose; (D) resíduo D-xilopiranosose substituído em C(O)-2 e C(O)-3 com resíduos L-arabinofuranose. A estrutura C mostra a ligação do ácido ferúlico com C(O)-5 do resíduo L-arabinofuranose



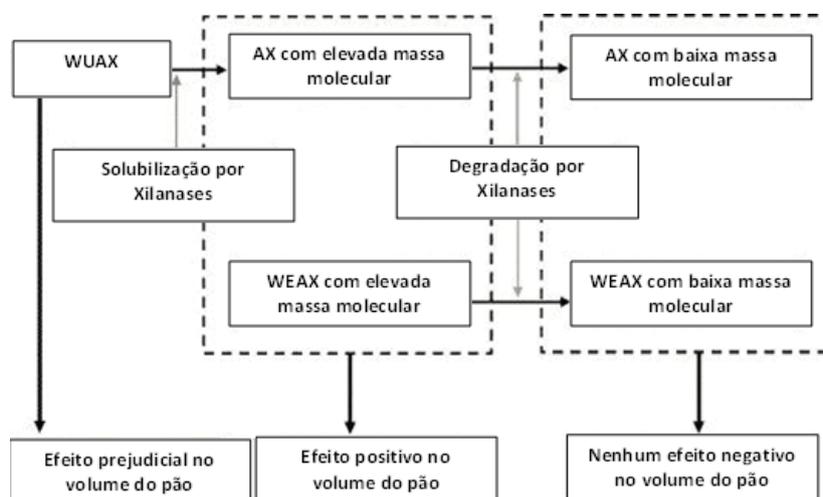
Fonte: Adaptado de Fausch et al. (1963).

As estruturas dos arabinoxilanos e sua solubilidade resultam em propriedades físico-químicas únicas, que determinam a sua funcionalidade na panificação, principalmente o equilíbrio da água na massa, propriedades reológicas, retrogradação do amido e a qualidade de panificação (COURTIN et al., 2001). Resultados contraditórios são observados com o emprego de arabinoxilanos na panificação. De forma geral, os arabinoxilanos não-extraíveis em água tem grande capacidade de retenção de água causando efeitos negativos na panificação, pois são capazes de reter até 10 vezes sua massa em água. A redistribuição de umidade entre o glúten e outras macromoléculas, permite que os arabinoxilanos interajam diretamente com as proteínas do glúten, gerando uma rede mais complexa. A elevada retenção de água desestabiliza as células de gás durante a fermentação da massa, formando uma rede proteica com baixa capacidade de retenção de gás, no qual eleva os riscos da massa coalescer (AUTIO, 2006; COURTIN et al., 2001;). Ainda, segundo os autores, os arabinoxilanos extraíveis em água apresentam propriedades inversas aos não-extraíveis, em que a retenção de gás na massa é melhorada, pois arabinoxilanos extraíveis em água sob condições oxidantes tem propriedade de formar géis e soluções altamente viscosas, apresentando um efeito positivo no volume do pão e na firmeza, estrutura e textura do miolo.

Embora ocorram efeitos negativos provocados pelos arabinoxilanos, o impacto no processo de panificação pode ser amenizado por meio de endoxilanasas, que são enzimas capazes de hidrolisar a cadeia principal de arabinoxilanos (COURTIN et al., 2001). A

funcionalidade de endoxilanases na panificação varia de acordo com a seletividade para arabinoxilanos extraíveis em água e não extraíveis. Considerando os efeitos causados na panificação por arabinoxilanos, a utilização de endoxilanases que agem preferencialmente sobre arabinoxilanos não-extraíveis em água, podem causar redução no nível de arabinoxilanos não-extraíveis em água e aumentar os níveis de arabinoxilanos solúveis (baixa massa molecular), impactando positivamente sobre o volume final do pão (Figura 4). Em contraste, endoxilanases que atuam preferencialmente sobre arabinoxilanos extraíveis em água, reduzem a massa molecular, causando pouca ou nenhuma melhoria no volume pão (COURTIN et al., 2001).

Figura 4 - Representação esquemática do efeito das endoxilanases na qualidade tecnológica do pão



Fonte: Adaptado (COURTIN et al, 2001).

Pesquisas são necessárias para conhecer o papel dos constituintes da FTGI na formação de massa, bem como a sua funcionalidade tecnológica. A utilização de enzimas oxidantes e agentes redutores apresentam potenciais para o estudo dos componentes responsáveis pelos efeitos indesejados sobre as propriedades tecnológicas na FTGI, além de possibilitar a melhora das características reológicas da massa.

2.6 EMPREGO DE ENZIMAS NA AVALIAÇÃO DE CARACTERÍSTICAS DA MASSA E DE QUALIDADE DE PÃO

As razões de menor utilização da FTGI pela indústria de panificação são os efeitos sobre as características da massa e de qualidade dos produtos finais, reduzindo a aceitação do consumidor. A variação nas características da massa, propriedades reológicas, textura arenosa, sabor amargo e sensações bucais indesejadas são decorrentes da presença do farelo nos produtos de panificação (LEBESI; TZIA, 2012). A fim de compreender estes problemas tem sido realizado trabalhos de pesquisa com o emprego de enzimas visando auxiliar na elucidação dos efeitos físico-químicos que afetam as propriedades reológicas e tecnológicas de produtos com FTGI (BAE et al., 2014; MENDIS; SIMSEK, 2015; YANG et al., 2014).

As enzimas são consideradas uma alternativa aos aditivos químicos por serem classificadas como coadjuvantes alimentares e por não oferecer riscos a saúde, podendo ser utilizadas com diversas finalidades na tecnologia de alimentos (LEBESI; TZIA, 2012). A utilização de enzimas tem sido intensificada, com a substituição parcial ou completa de aditivos químicos em produtos de panificação. No Brasil, o uso de enzimas na produção de alimentos é regulado pela resolução RDC nº 54, de 07 de outubro de 2014 (BRASIL, 2014). Esta resolução aplica-se às enzimas e preparações enzimáticas utilizadas como coadjuvantes de tecnologia na produção de alimentos em geral, destinados ao consumo humano.

Gerrard (2002) define as enzimas oxidativas utilizadas pela indústria de panificação como catalisadores biológicos específicos, capazes de reagir sob condições moderadas de temperatura e pH, contribuindo para a formação de ligações covalentes entre cadeias polipeptídicas dentro de uma proteína (reticulações intramoleculares) ou entre as proteínas (ligações cruzadas intermoleculares). A adição de enzimas podem amenizar os efeitos negativos nas propriedades tecnológicas da massa. As principais implicações da utilização em panificação incluem aumento no volume, melhoria da estrutura do miolo e maior vida de prateleira (BAE et al., 2014). Por essa razão, a utilização de enzimas é uma opção para a produção de pães com FTGI, já que estes apresentam dificuldades tecnológicas que podem ser diminuídas ou mesmo eliminadas.

As xilanases, também denominadas hemicelulases ou pentosanases, podem ser empregadas para a melhoria tecnológica de pães elaborados com FTGI. Elas são utilizadas devido ao seu efeito positivo nas propriedades da massa durante a mistura, fermentação e na qualidade final do pão. O seu emprego pode melhorar as propriedades de manipulação da massa, volume, maciez, estrutura do miolo e possibilitar melhor redistribuição da água na

massa (STEFFOLANI, 2010). As xilanases também têm efeito na vida útil do pão, por retardar a retrogradação do amido (OLIVEIRA, 2010).

O mecanismo de ação das xilanases na panificação ocorre pela hidrólise das cadeias de arabinoxilanos, causando redução da polimerização e a liberação de arabinoxilanos solúveis em água, com redução do peso molecular, o qual impacta diretamente sobre a estrutura e a funcionalidade dos arabinoxilanos (COURTIN; DELCOUR, 2002). A fonte e o tipo de xilanase determinam o modo de ação nos arabinoxilanos e a preferência por solúveis ou insolúveis. As mais utilizadas em panificação são as GH10 e GH11 (PAËS; BERRIN, 2012), sendo designadas como endo- β -(1,4)-D-xylanases (EC 3.2.1.8, xilanase), que estão envolvidas na degradação dos arabinoxilanos. As enzimas xilanases clivam a cadeia principal de arabinoxilanos por hidrólise do 1,4- β -D ligação entre resíduos de xilose de modo aleatório, originando hidrolisados de arabinoxilanos com diferentes graus de polimerização (DORNEZ et al., 2009). Na produção de alimentos com alto teor de fibras, as xilanases tem sido utilizadas de forma combinada, devido aos seus potenciais sinérgicos e a menor necessidade de selecionar especificamente uma família de xilanase.

Devido a diferenças na especificidade do substrato (arabinoxilanos), o modo de ação e interação das xilanases pode variar. Geralmente é aceito para elaboração de pães com FTGI, as xilanases são utilizadas de forma combinada que agem sobre as frações não extraíveis em água, solubilizando arabinoxilanos, levando a aumento na viscosidade da massa. Essa ação não remove apenas arabinoxilanas insolúveis, as quais interferem na formação da rede de glúten, mas também aumentam a estabilidade da massa devido ao aumento da viscosidade (PAËS; BERRIN, 2012).

Xilanases com especificidade para arabinoxilanos extraíveis em água reduzem a viscosidade da massa devido à redução do seu tamanho, enquanto que as xilanases com especificidade para arabinoxilanas não-extraíveis em água despolimerizam a fração, levando a uma moderada liberação de água, causando redistribuição, a qual se torna disponível para o desenvolvimento do glúten. Além disso, a solubilização de arabinoxilanas não-extraíveis em água também resulta em maior viscosidade, que apresenta papel positivo na reologia da massa e retenção de gás (AUTIO, 2006). Contudo, não se tem evidências para a utilização da enzima xilanase em FTGI com tamanhos de partícula variados. Desta forma não é possível indicar variações no comportamento de atuação da enzima sobre FTGI com diferentes tamanhos de partícula, bem como alterações na qualidade da massa formada.

Os estudos realizados por Jaekel et al. (2012) investigaram a influência da adição de xilanase nas características de pão de forma elaborado com farinha de trigo e FTGI. Os

resultados demonstraram que a adição em quantidade ótima de xilanase melhorou as características da massa e a qualidade do pão, avaliado em termos de volume, textura e maciez do miolo.

Oliveira (2010) relatou que a utilização da enzima não alterou significativamente as propriedades de pasta, mas aumentou a vida útil dos pães. Apesar de não serem observadas alterações nas propriedades de pasta, o aumento de vida útil foi relacionado com as reduções da firmeza do miolo e da retrogradação da amilopectina durante o armazenamento. O mecanismo para a redução da retrogradação da amilopectina foi atribuído à degradação das arabinoxilanas, principalmente as não extraíveis em água. Esta degradação liberou carboidratos de baixo peso molecular alterando a distribuição de água na massa, o que dificultou a velocidade de retrogradação das moléculas de amilopectina.

Os estudos disponíveis na literatura até o momento abordaram apenas a utilização da enzima xilanase em farinhas de trigo e em FTGI. O presente estudo utilizando FTGI com variações no tamanho de partícula e com diferentes concentrações de enzima xilanase pode ajudar a compreender os efeitos destas duas variáveis de forma isolada e combinadas na formação da massa e ainda, investigar se os efeitos causados pela enzima xilanase permanecem os mesmos com a variação do tamanho de partículas.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 FARINHA DE TRIGO DE GRÃO INTEIRO E ENZIMA

As FTGI utilizadas no trabalho foram fornecidas pela empresa Sementes e Alimentos Paraná (Mauá da Serra, PR, Brasil), a partir de lote comercial de trigo selecionado por resultados de análises físicas e reológicas. As amostras de FTGI foram obtidas com cinco diferentes tamanhos de partícula e denominadas como farinha ultrafina (FUF), farinha fina (FF), farinha média (FM), farinha grossa (FG) e farinha ultragrossa (FUG). A enzima Xilanase (Pentomax GF) com atividade de 5769,230 U/g, foi fornecida pela empresa PROZYN (São Paulo, SP, Brasil).

3.2 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

O trabalho de pesquisa foi desenvolvido em três etapas, sendo na primeira realizado a caracterização físico-química das amostras de FTGI em delineamento inteiramente casualizado. Na segunda etapa foram estudadas as propriedades de massa das farinhas, com o emprego de planejamento experimental em delineamento composto central rotacional 2^2 (DCCR). O DCCR aplicável à metodologia de superfície de resposta (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2003) foi utilizado com a finalidade de estudar o efeito combinado das variáveis tamanho de partícula da FTGI e concentração da enzima xilanase na formação de massa. As variáveis foram estabelecidas em cinco níveis codificados como $-\alpha$, -1 , 0 , $+1$, $+\alpha$. Os valores reais correspondentes a estes níveis estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 - Variáveis e níveis do planejamento experimental 2^2

Variáveis independentes	Níveis				
	$-\alpha$	-1	0	$+1$	$+\alpha$
Tamanho de partícula da FTGI (μm), x_1	116 (FUF)	158 (FF)	261 (FM)	364 (FG)	406 (FUG)
Enzima xilanase (g/100 kg de FTGI), x_2	0,360	2,000	6,000	10,000	11,640

FTGI: farinha de trigo de grão inteiro; FUF: farinha ultrafina; FF: farinha fina; FM: Farinha média; FG: farinha grossa; FUG: farinha ultra grossa. Fonte: elaborado pelo autor (2017).

O delineamento incluiu 11 ensaios, sendo quatro fatoriais (combinam os níveis -1 e $+1$), quatro axiais (uma variável nos níveis de $\pm \alpha$ e a outra em zero, sendo $\alpha=1,414$) e três centrais (as duas variáveis no nível zero). Os níveis das duas variáveis independentes foram selecionados a partir de dados obtidos em testes laboratoriais preliminares e de condições

operacionais de processo. Os pontos de nível zero estão posicionados no centro de um círculo de raio um e servem para estimar o erro experimental e determinar a precisão da equação polinomial (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2003). A matriz do planejamento experimental com os valores codificados e reais está apresentada na Tabela 2. A mistura de cada amostra dos ensaios foi realizada em homogeneizador laboratorial em Y (MA200, Marconi, Brasil) e armazenadas em câmara fria em temperatura de 5 ± 2 °C. As variáveis dependentes ou respostas analisadas no DCCR foram: propriedades de mistura da massa, resistência à extensão e extensibilidade e avaliações de características de qualidade tecnológica dos pães.

Tabela 2 - Matriz do planejamento experimental com os valores codificados e reais

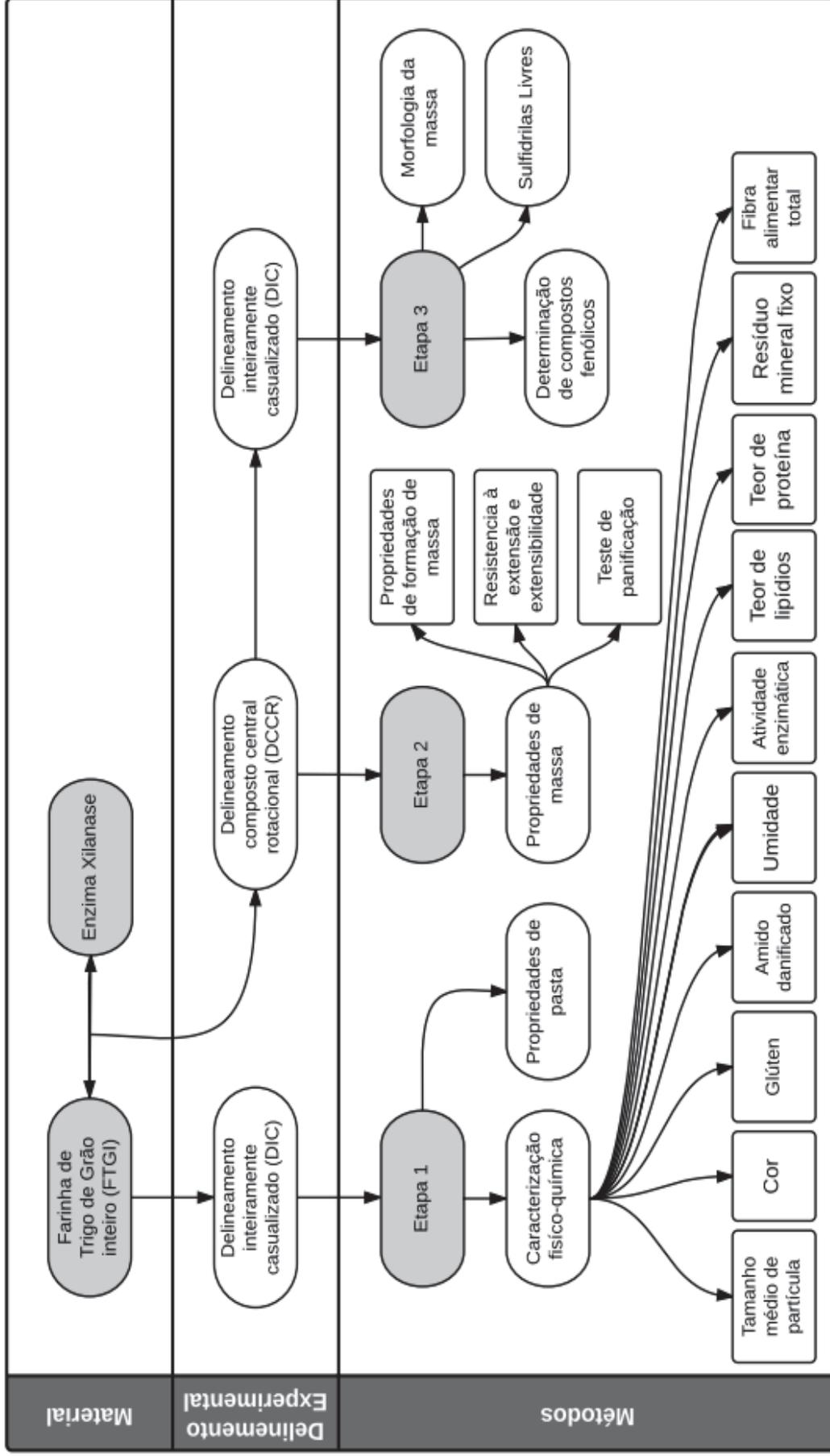
Ensaio	Valores codificados		Valores reais	
	X ₁	X ₂	Tamanho de partícula (µm)	Xilanase (g/100 kg de FTGI)
1	-1	-1	158 (FF)	2,00
2	+1	-1	363 (FG)	2,00
3	-1	+1	158 (FF)	10,00
4	+1	+1	363 (FG)	10,00
5	-α	0	116 (FUF)	6,00
6	+α	0	406 (FUG)	6,00
7	0	-α	261 (FM)	0,36
8	0	+α	261 (FM)	11,64
9	0	0	261 (FM)	6,00
10	0	0	261 (FM)	6,00
11	0	0	261 (FM)	6,00

FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa. Fonte: elaborado pelo Autor, (2017)

A terceira etapa foi realizada com os ensaios 1, 2, 7 e 8, selecionados com base nos resultados de teor de glúten, propriedades da massa e as características de qualidade dos pães de forma. A escolha de dois diferentes tamanhos de partícula para a concentração de enzima de 2 g/100 kg de amostra visa auxiliar na compreensão dos efeitos da enzima na variação da superfície de contato da FTGI. Da mesma forma, a escolha da amostra FM (261,45 µm) com a variação da concentração de enzima, objetiva deixar mais evidente os efeitos da utilização de altos e baixos níveis de enzima xilanase. A discussão mais detalhada acerca dos resultados que justificaram a escolha destes ensaios estão apresentadas os itens 4 e 4.2.4 de resultados e discussões. Nestes ensaios as variáveis respostas analisadas foram: compostos fenólicos totais, solúveis e insolúveis, grupos sulfidrilas livres e morfologia da massa. Estas análises também foram realizadas nas amostras de FUF, FF, FM, FG e FUG sem a presença da enzima

xilanase. A Figura 5 representa o fluxograma geral das atividades experimentais realizadas nas três etapas de desenvolvimento do trabalho.

Figura 5 – Fluxograma da matéria prima e dos delineamentos experimentais, bem como das variáveis respostas analisadas



FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. Fonte: elaborado pelo autor (2017).

3.3 ETAPA 1: CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E PROPRIEDADES DE PASTA

As análises de caracterização físico-química e de propriedades de pasta foram realizadas nas amostras de FTGI ultrafina, fina, média, grossa e ultragrossa.

3.3.1 Tamanho médio de partícula

A distribuição granulométrica e o tamanho médio de partícula foram determinados utilizando equipamento de difração a laser (Mastersizer 3000, Malvern, Inglaterra), equipado com Software Mastersizer-s (V 2.18). Para a análise, foram pesados 30 mg de amostra em tubos de vidro que foram adicionados de 30 mL de água deionizada a temperatura ambiente, e homogeneizados em equipamento tipo vórtex e imediatamente analisados. As análises foram realizadas em triplicata.

3.3.2 Amido danificado

A determinação do teor de amido danificado foi realizada de acordo com o método nº 76-33.01 da AACC (2010) em equipamento SDmatic (Chopin, França). Esta determinação foi realizada em triplicata e os valores expressos em porcentagem (%).

3.3.3 Umidade

O teor de umidade foi determinado em triplicata de acordo com o método nº 44-15.02 da AACC (2010), em estufa com circulação de ar (400D, Nova Ética, Brasil).

3.3.4 Teor de proteínas

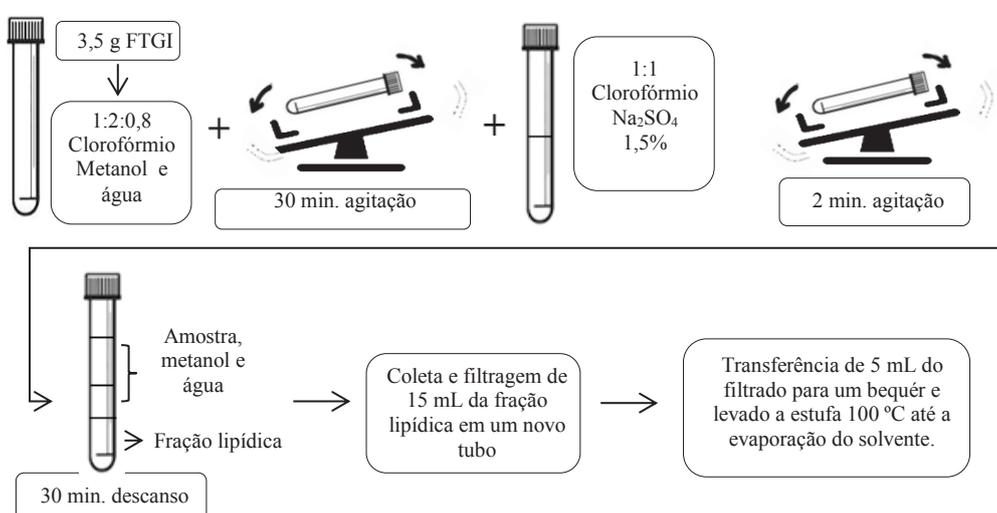
O teor de proteínas foi determinado por Kjeldahl, realizado de acordo com o método nº 46-10.01 da AACC (2010). O fator de conversão de nitrogênio total utilizado foi 5,83 e os valores expressos em proteína bruta com análise realizada em triplicata.

3.3.5 Teor de lipídeos

A extração e determinação de lipídeos totais foi realizada pelo método proposto por Bligh; Dyer (1959). Para a extração, foram utilizados 3,5 g de massa de amostra. As amostras foram transferidas para tubos de ensaio com tampa de 70 mL cada, em que foram adicionados exatamente 10 mL de clorofórmio, 20 mL de metanol e 8 mL de água destilada. Para as amostras que apresentaram umidade acima de 10%, a relação dos solventes 1:2:0,8 foi corrigida considerando a água presente na amostra. Os tubos foram colocados em misturador tipo gangorra (MA 136/E, Marconi, Brasil), sob agitação contínua durante o tempo de 30 minutos. Em seguida, adicionou-se à solução 10 mL de clorofórmio e 10 mL de solução de sulfato de sódio 1,5% e os tubos foram submetidos a agitação em misturador tipo gangorra por mais 2 minutos. Após a agitação, os tubos permaneceram em descanso por 30 minutos para que ocorresse a separação natural das camadas. Posteriormente foram coletados 15 mL da camada inferior com pipeta graduada e filtrados em novo tubo de ensaio, utilizando papel filtro quantitativo com auxílio de um funil. Para a determinação de lipídeos foram pipetados 5 mL do filtrado em béquer previamente esterilizado e pesado. O béquer foi levado a estufa a 100 °C até a evaporação completa do solvente. Os béqueres foram resfriados em dessecador e anotadas as massas do dessecado. O cálculo do teor de lipídeos foi realizado conforme equação 1 e o resumo do método utilizado está representado na Figura 6.

$$\text{Teor de lipídeos (\%)} = \frac{(\text{Massa de lipídeos}) \times 4}{\text{Massa da amostra}} \times 100 \quad 1)$$

Figura 6- Método Bligh e Dyer utilizado para a determinação do teor de lipídeos de FTGI



Fonte: elaborado pelo Autor (2017).

3.3.6 Resíduo mineral fixo

O teor de resíduo mineral fixo foi determinado de acordo com o método nº 08-12.01, conforme AACC (2010) para farinha e semolina.

3.3.7 Acidez graxa

A determinação de acidez graxa foi realizada de acordo com o método nº 939.05 da AOAC (2012), com extração conforme descrito em 3.3.5, método Bligh; Dyer (1959) e titulação dos ácidos graxos livres presentes nas amostras com solução de NaOH, na concentração de $0,01 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ e indicador fenolftaleína. A determinação foi realizada em triplicata.

3.3.8 Fibra alimentar total

A determinação do teor de fibra alimentar foi realizada de acordo com o método nº 32-07.01 da AACC (2010), pela utilização de kit enzimático (*Total Dietary Fiber Assay Kit*, Sigma).

3.3.9 Cor

A determinação da cor das amostras de FTGI foi realizada em aparelho espectrofotômetro de refletância difusa (ColorQuest II, HunterLab, EUA), com sensor ótico geométrico de esfera. O aparelho foi calibrado com cerâmica e realizado a leitura por reflexão e ângulo de observação de 2° , iluminante principal D75 e iluminante secundário D65. Os valores de L^* (luminosidade) variam de zero (preto) a 100 (branco) e as coordenadas de cromaticidade: $-a^*$ (verde) a $+a^*$ (vermelho) e $-b^*$ (azul) a $+b^*$ (amarelo), de -60 a +60. A determinação de cor foi realizada em triplicata para cada amostra de FTGI.

3.3.10 Atividade enzimática

As atividades das enzimas amilolíticas das amostras de FTGI e da enzima α -amilase foram determinadas em triplicata, com emprego de curva padrão de glicose para a quantificação da atividade em leituras de absorbância (nm) e os valores expressos em unidade

de atividade enzimática por grama de amostra (U/g). A determinação foi realizada em triplicata.

3.3.10.1 *Obtenção de extrato*

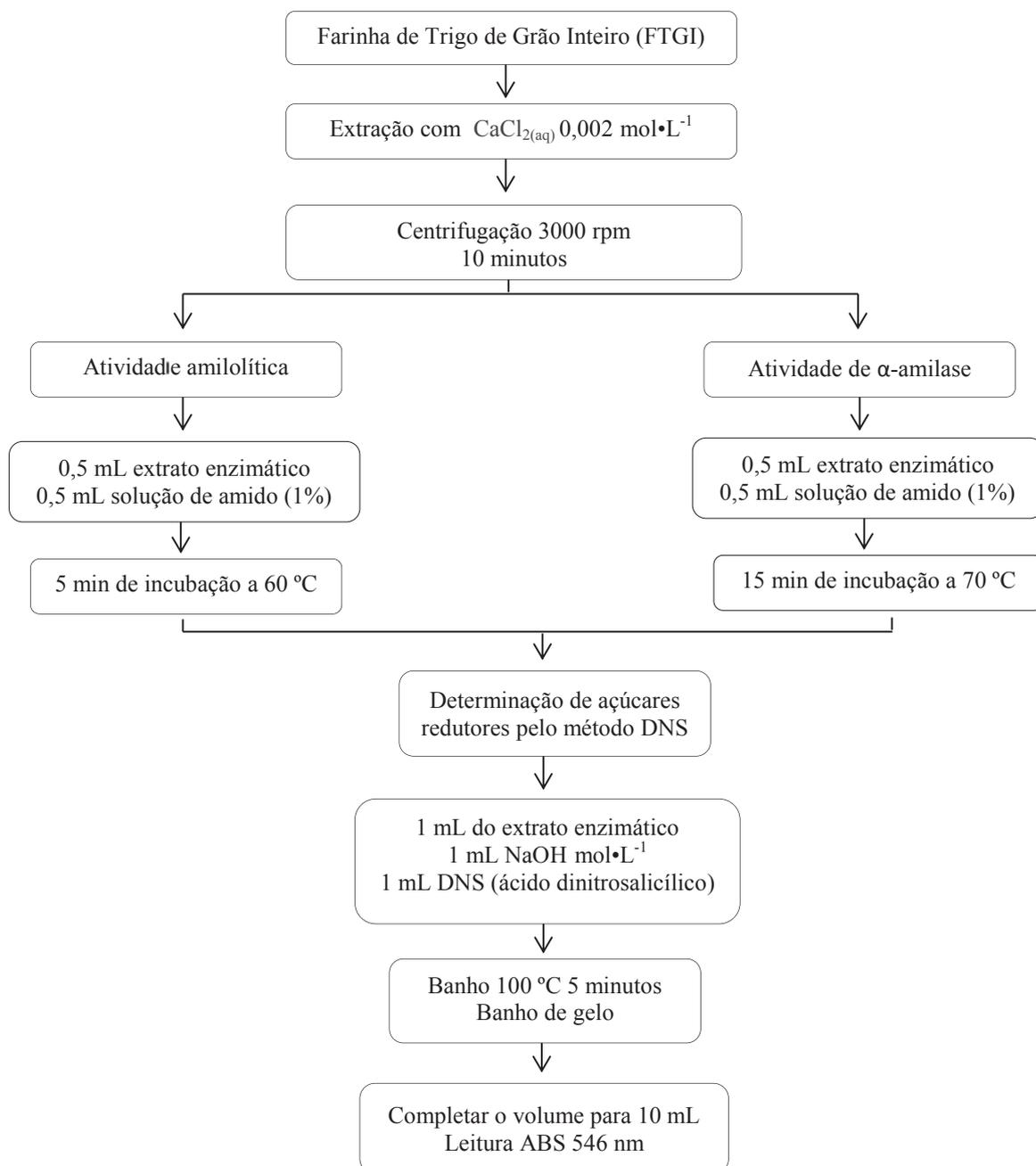
Os extratos foram preparados de acordo com o procedimento de Samana; Vázquez; Pandiella (2008), pela agitação contínua de 1 g de amostra de cada FTGI, com 10 mL de solução de cloreto de cálcio $0,002 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ durante 1 minuto, em equipamento vórtex. Após a agitação, as amostras foram centrifugadas durante 10 minutos a 3000 rpm. O sobrenadante foi coletado e transferido para novos tubos e imediatamente utilizados nas análises para quantificação das atividades amilolítica e α -amilase.

3.3.10.2 *Determinação*

A atividade amilolítica foi determinada de acordo com o método proposto por Miller (1959), utilizando amido como substrato e se baseia na produção de açúcares redutores. A partir dos extratos obtidos no item 3.3.9.1 foi realizada a dispersão em 0,5 mL de extrato enzimático e 0,5 mL de solução de amido 1%, preparado em tampão acetato $0,05 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$. A dispersão permaneceu incubada por 5 min a $60 \text{ }^\circ\text{C}$. Os açúcares redutores formados foram determinados pelo método do ácido dinitrosalicílico (DNS), que consiste na adição de 1 mL de extrato enzimático, 1 mL de NaOH $1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ e 1 mL de DNS em tubo de ensaio, seguido de banho a $100 \text{ }^\circ\text{C}$ por 5 min e posterior banho de gelo para resfriar as amostras. O volume da solução resfriada foi completado a 10 mL e a leitura da absorbância realizada em espectrofotômetro UV-VIS (Biospectrometer kinetic, Eppendorf, Alemanha) em comprimento de onda de 546 nm.

Para a determinação da atividade da enzima α -amilase foi utilizado o mesmo procedimento da atividade amilolítica, com tempo de incubação de 15 min a $70 \text{ }^\circ\text{C}$. Os açúcares redutores foram determinados pelo método DNS.

Os valores de atividade enzimática foram expressos em U/g de amostra, em que uma unidade de atividade enzimática (U) corresponde à quantidade de enzima capaz de liberar 1 μmol de glicose por minuto. A Figura 7 representa o fluxograma de determinação da atividade enzimática.

Figura 7 - Fluxograma geral da metodologia utilizada para a determinação da atividade enzimática e α -amilase

Fonte: Elaborado pelo Autor (2017).

3.3.11 Número de queda

A atividade da enzima α -amilase foi determinada pelo número de queda pelo método nº 56-81.03 da AACC (2010), em equipamento *Falling Number* (FN 1800, Perten Instruments) com ensaios de determinação realizados em triplicata.

3.3.12 Propriedades de pasta

As propriedades de pasta foram avaliadas em equipamento analisador de rápido de viscosidade (ARV) (RVA-3D, Newport Scientific, Austrália), equipado com software *Termocline for Windows*, versão 3.1, realizado de acordo com o método nº 76-21.01 da AACC (2010). Foram utilizados 3,5 g de farinha, corrigidos para 14% de umidade e adicionados de $25 \pm 0,1$ mL de água destilada. Os parâmetros de leitura utilizados foram temperatura de pasta, viscosidade máxima, viscosidade mínima à temperatura constante, quebra e tendência à retrogradação, com análise realizada em triplicata.

3.3.13 Glúten

A determinação dos teores de glúten úmido, seco e índice de glúten foi realizada em Sistema Glutomatic (modelo 2100, Perten Instruments, Suécia) pelo método nº 38-12.02 da AACC (2010), com análises em triplicata. A primeira lavagem da massa foi realizada com peneira de poliéster, abertura de 88 μm e por 120 segundos. Na segunda lavagem foi utilizado peneira com abertura de 840 μm , à fim de possibilitar maior eficiência na retirada das fibras e demais impurezas presentes na amostra, restando no final apenas o glúten.

3.3.13.1 Cor do glúten

A cor do glúten úmido foi determinada utilizando o aparelho espectrofotômetro de refletância difusa (modelo ColorQuest II, HunterLab, EUA), com sensor ótico geométrico de esfera, utilizando o parâmetro de L^* (luminosidade) que varia de zero (preto) a 100 (branco). O aparelho foi calibrado com cerâmica e realizado a leitura por reflexão e ângulo de observação de 2° , iluminante principal D75 e iluminante secundário D65.

3.3.13.2 Teor de resíduo mineral fixos do glúten

O teor de resíduo mineral fixos do glúten foi determinado utilizando a fração de glúten seco, triturado com auxílio de pistilo e almofariz, realizado de acordo com a metodologia da AACC (2010), método nº 08-12.01 para farinha e semolina.

3.4 ETAPA 2: PROPRIEDADES DE MASSA

3.4.1 Propriedades de mistura da massa

A determinação das propriedades de massa foi realizada em equipamento Promilógrafo (T6-E, Labortechnik GmbH, Alemanha), de acordo com o método nº 54-21.02 da AACC (2010), pelo emprego de 200 g de amostra corrigida para a umidade de 14%. Os parâmetros avaliados foram absorção de água (AA), tempo de desenvolvimento da massa (TDM), índice de tolerância à mistura (ITM) e estabilidade da massa (E). As determinações foram realizadas em duplicatas.

3.4.2 Resistência à extensão e extensibilidade

Para este teste, a massa foi preparada em equipamento promilógrafo (modelo T6-E, Labortechnik GmbH, Alemanha) utilizando 200 g de amostra com correção da massa para 14% de umidade e adicionados 2% de NaCl, com base na massa de FTGI utilizada. Inicialmente, a amostra e o NaCl foram homogeneizados durante 1 min. Logo após foi adicionado água, conforme a absorção previamente determinada na análise de propriedades de mistura da massa conforme item 3.4.1 e homogeneizado durante 1 min. O misturador foi desligado logo após a adição de água e a massa permaneceu em descanso na masseira do promilógrafo por 5 min. A masseira foi novamente ligada até completar o tempo de desenvolvimento da massa (TDM) previamente determinado conforme item 3.4.1. Após o preparo da massa, foram separadas porções de 50 g e deixadas em descanso por 45 min. Para a análise da resistência à extensão e extensibilidade em texturômetro (modelo TA-XT2i, *Stable Micro Systems*, Reino Unido), as porções foram modeladas em molde específico do equipamento para a confecção de tiras com aproximadamente 7 mm de diâmetro e 60 mm de comprimento. As condições aplicadas ao ensaio foram: velocidade de pré-teste: 2,0 mm/s, velocidade de teste: 3,3 mm/s, velocidade de pós-teste: 10,0 mm/s e distância de 75,0 mm (KIEFFER et al., 1998). A análise foi realizada em duplicata.

3.4.3 Teste de panificação

O preparo da massa foi realizado empregando método de panificação em pequena escala como descrito por ORO (2013), com modificações. A massa foi preparada utilizando a

masseira do equipamento Promylograph (T6-E, Labortechnik GmbH, Alemanha) com capacidade para 200 g de amostra. As massas preparadas utilizaram 100% de FTGI, gordura vegetal hidrogenada (3%), cloreto de sódio (2%), ácido ascórbico (0,01%), açúcar (5%), fermento biológico (3%) e água destilada a 30 °C, adicionada de acordo com a absorção previamente determinada (item 3.4.1), com consistência de massa atingindo 650 ± 20 Unidades Promilográficas. Posteriormente a FTGI foi colocada na masseira do promilógrafo e misturada durante 1 minuto em temperatura controlada de 30 °C. Em seguida, foram adicionados o açúcar, o fermento, o sal, a gordura vegetal hidrogenada e o ácido ascórbico e também misturados durante 1 minuto. Após este período, foi adicionada água destilada e deixando sob amassamento, empregando o tempo de desenvolvimento da massa previamente determinado no item 3.4.1 para cada ensaio.

Finalizada a etapa de amassamento, a massa foi fracionada em quatro partes iguais de 35,0 g cada. As frações foram moldadas e colocadas em formas de aço inox, previamente untadas com gordura vegetal hidrogenada. As massas permaneceram em câmara de descanso (Multi Pão, Brasil) sob temperatura controlada de 30 °C e 100% de umidade relativa durante 40 minutos. Posteriormente, foram submetidas a cozimento em forno (QA 226, *Labor Instruments Works*, Hungria) com temperatura controlada de 150 °C e tempo de cozimento de 14 minutos. Os pães permaneceram em temperatura ambiente por 1 hora após cozimento para esfriar antes das análises de qualidade.

3.4.4 Avaliação das características de qualidade dos pães

As características de qualidade dos pães foram avaliadas pelo volume específico, perfil de textura e cor, realizada em triplicata.

3.4.4.1 Volume específico

O volume específico dos pães foi determinado por deslocamento de sementes de painço, em medidor de volume de pão (MVP1300, Vondel, Brasil) de acordo com o método AACC 10-05.01 (2010). Os resultados das determinações do volume específico foram expressos em $\text{mL}\cdot\text{g}^{-1}$.

3.4.4.2 Perfil de textura

O perfil textura dos pães foi avaliado de acordo com o método nº 74-09.01 da AACC (2010) utilizando seis fatias de pão, cortadas na espessura de 25 mm (25 mm de largura x 25 mm de comprimento), e removendo a crosta com faca elétrica. As fatias foram analisadas em equipamento texturômetro (TA.XT.plus, Stable Micro Systems, Inglaterra), com probe cilíndrico de alumínio P/20R (raio de 20 mm), velocidade pré-teste = $1,0 \text{ mm.s}^{-1}$; velocidade de teste = $1,7 \text{ mm.s}^{-1}$; velocidade de pós-teste = $10,0 \text{ mm.s}^{-1}$ e força de compressão de 40%. Entre os resultados obtidos do perfil de textura os parâmetros selecionados foram firmeza e mastigabilidade.

3.4.4.3 Cor dos pães

A cor da crosta e do miolo dos pães foram determinadas em aparelho espectrofotômetro (HunterLab, ColorQuest II Sphere, Inglaterra), com sensor ótico geométrico de esfera. O aparelho foi calibrado com cerâmica e realizado a leitura por reflexão e ângulo de observação de 2° , iluminante principal D75 e iluminante secundário D65. Os parâmetros avaliados foram L^* (luminosidade) varia de zero (preto) a 100 (branco) e as coordenadas de cromaticidade: $-a^*$ (verde) a $+a^*$ (vermelho) e $-b^*$ (azul) a $+b^*$ (amarelo), de -60 à +60.

3.5 ETAPA 3: RELAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULA E CONCENTRAÇÃO DE ENZIMA XILANASE NA DETERMINAÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS E LIBERAÇÃO DE SULFIDRILAS LIVRES NA MASSA

Na terceira etapa foram realizadas as determinações de compostos fenólicos totais, solúveis e insolúveis, grupos sulfidrilas livres e avaliação da microestrutura da massa. Para esta etapa foram selecionados os ensaios 1, 2, 7 e 8 do DCCR, com base nos resultados das avaliações de teor de glúten, propriedades da massa e as características de qualidade dos pães de forma. As análises foram realizadas em triplicata e expressos nas unidades correspondentes de cada análise. Os resultados de compostos fenólicos totais, solúveis e insolúveis foram expressos em base seca.

3.5.1 Compostos fenólicos totais, solúveis e insolúveis

3.5.1.1 *Extração dos compostos fenólicos solúveis*

Os extratos dos compostos fenólicos solúveis foram preparados de acordo com adaptações realizadas nos protocolos de Moore et al. (2006) e Mira, et al. (2008). Os compostos foram extraídos pela agitação contínua de 2 g de amostra, 10 mL de etanol 80% durante o tempo de 10 minutos em equipamento vórtex. As amostras foram centrifugadas durante 10 minutos a 5000 rpm e o sobrenadante transferido para balão volumétrico de 25 mL. O procedimento de extração foi repetido utilizando o resíduo por mais duas vezes, com adição de 10 e 5 mL de etanol 80%, respectivamente em cada extração subsequente. Os sobrenadantes coletados foram combinados e o volume completado para 25 mL com etanol 80% e o extrato utilizado imediatamente nas análises.

3.5.1.2 *Extração dos compostos fenólicos insolúveis*

Os extratos dos compostos fenólicos insolúveis foram preparados segundo Mira, et al., (2008), com adaptações. Para a extração dos compostos insolúveis, foi utilizado o resíduo obtido na etapa de extração dos compostos solúveis (item 3.5.2.1). Para minimizar as interferências dos compostos lipossolúveis, o resíduo foi desengordurado com 10 mL de hexano e centrifugação a 5500 rpm por 10 minutos, desprezando-se o sobrenadante. O resíduo foi submetido à hidrólise alcalina por 4 horas à temperatura ambiente pela adição de 60 mL de NaOH 4 mol·L⁻¹ em frasco tampado e sob agitação constante (agitador tipo gangorra Marconi, MA 136/E, Brasil). Após esse período, a mistura foi resfriada em banho de gelo e adicionada de aproximadamente 20 mL de HCl concentrado até pH em torno de 1,5 e centrifugada a 5500 rpm por 30 minutos. O sobrenadante foi extraído com 5 porções de 30 mL cada de acetato de etila, sendo a fração orgânica recolhida e evaporada em evaporador rotatório (modelo, marca, país) sob vácuo até *secura*. O resíduo contendo os compostos fenólicos insolúveis foram ressuspensos em 10 mL de etanol 80% e utilizados imediatamente para a análise.

3.5.1.3 *Determinação de compostos fenólicos solúveis, insolúveis e totais*

A determinação dos compostos fenólicos solúveis, insolúveis e totais foi realizada de acordo com o método colorimétrico de Folin-Ciocalteu, proposto por Singleton; Orthofer;

Lamuela-Raventos (1999). Alíquotas de 0,2 mL dos extratos foram diluídas em 5,0 mL de água deionizada e oxidadas em 0,25 mL de reagente de Folin-Ciocalteu ($1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$). Passados 5 minutos de reação, a mistura foi neutralizada com 1,5 mL de carbonato de sódio 20% e agitada em vórtex durante 1 minuto. Após incubação de 30 minutos no escuro e a temperatura ambiente, a absorvância foi medida em espectrofotômetro UV-VIS a 765 nm. O ácido gálico foi utilizado como padrão, sendo os teores de compostos fenólicos totais expressos em equivalentes de ácido gálico por grama de FTGI em base seca (mg GAE/g). Foi construída curva padrão de 8 pontos, com variação da concentração do ácido gálico entre 50 e 650 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$, realizado a partir de uma solução de ácido gálico com concentração 50 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$.

3.5.2 Grupos sulfidrila livres

A determinação de grupos sulfidrila livres (-SH) foi realizada de acordo com o método de Pérez et al. (2005), adaptado por Rakita et al. (2014). As amostras de glúten úmido foram preparadas a partir das FTGIs sem a presença da enzima e nos ensaios 1, 2, 7 e 8 seguindo a metodologia oficial da AACC (2010) método nº 38-12.02 com etapa de descanso de 30 min antes da lavagem da massa, ou seja, a amostra foi hidratada e colocada no equipamento Glutomatic (modelo 2100, Perten Instruments, Suécia) para que realizasse a formação de massa e o amassamento. Antes de iniciar o processo de lavagem, o processo foi interrompido e a massa permaneceu em descanso por 30 min para que a enzima xilanase atuasse sobre a massa. Após o descanso, o procedimento foi retomado a partir da lavagem da massa, seguindo a metodologia nº 38-12.02 da AACC (2010).

A fração glúten úmido foi utilizada para o ensaio, em que 0,1 g de cada amostra foi incubada em água suficiente para cobrir a fração de glúten, na temperatura de 30 °C durante três intervalos de tempo diferentes, 45, 90 e 135 minutos. Para a determinação foi preparado tampão Tris-Glicina (10,4 g de Tris, 6,9 g de Glicina e 12 g de EDTA em 1,0 L de água deionizada), com pH ajustado para 8,0 com solução de NaOH $1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$. Solução de hidrocloreto de guanidina ($5,0 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$) foi preparada utilizando tampão Tris-Glicina como solvente (GuHCl/Tris-Gli). Reagente de Ellman foi preparado utilizando 40,0 mg de DTNB (ácido 5,5'- ditiobis-2-nitrobenzóico) em 10 mL de tampão Tris-Glicina, no momento da análise. Para o procedimento de análise, cada amostra de glúten úmido (100 mg) foi suspensa em 1,0 mL de solução de GuHCl /Tris-Gli e agitada em vórtex durante 5,0 minutos e posteriormente centrifugada a 14.500 rpm durante 6,0 minutos. O volume de 400 μL de

sobrenadante foi adicionado a 600 μL de solução de GuHCl/Tris-Gli , e a 250 μL de reagente de Ellman e agitado por 1,0 minuto em vórtex. A absorbância foi lida a 412 nm e os resultados calculados utilizando curva padrão de cisteína, construída a partir de solução estoque de $0,83 \mu\text{mol}\cdot\text{mL}^{-1}$ com diluições entre 0,02 – 0,110 $\mu\text{mol}\cdot\text{mL}^{-1}$.

3.5.3 Morfologia da massa

A morfologia da massa foi analisada por microscopia eletrônica de varredura (MEV). As amostras de massa analisadas, ensaios 1, 2 7 e 8, foram preparadas conforme a metodologia utilizada para o estudo das propriedades de mistura (item 3.4.1), em equipamento Promylograph T6-E, em que 2% da massa de FTGI foi substituídas por cloreto de sódio. As amostras de massa foram congeladas em *ultra freezer* (modelo CL120-80V, Coldlab, Brasil) a $-70 \text{ }^\circ\text{C}$ e desidratadas em liofilizador (modelo LS X.000, Terroni, Brasil). As amostras secas foram fixadas em suportes metálicos e cobertas com fina camada de ouro. As micrografias foram obtidas utilizando microscópio eletrônico de varredura (modelo VEGA3 LM, marca Shimadzu, Japão) a 20 kV e ampliação de 1500 vezes.

3.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados da primeira e terceira etapas foram analisados com o emprego da análise de variância (ANOVA) e as médias foram comparadas entre si pelo teste de Tukey, a 95% de intervalo de confiança. Os resultados da segunda etapa, obtidos a partir do DCCR, as análises, foram realizadas com o emprego da metodologia de superfície de resposta, utilizando o Programa Statistica 7.0 (StatSoft, USA). Esta técnica descreve o comportamento da variável dependente (y) frente às mudanças nas variáveis independentes (x_k) dentro do intervalo estudado. O polinômio preditivo para cada resposta pode ser empregado dentro do intervalo estudado, fixado pelos níveis extremos das variáveis independentes (x_k). A significância do modelo foi testada pela análise de variância (teste F).

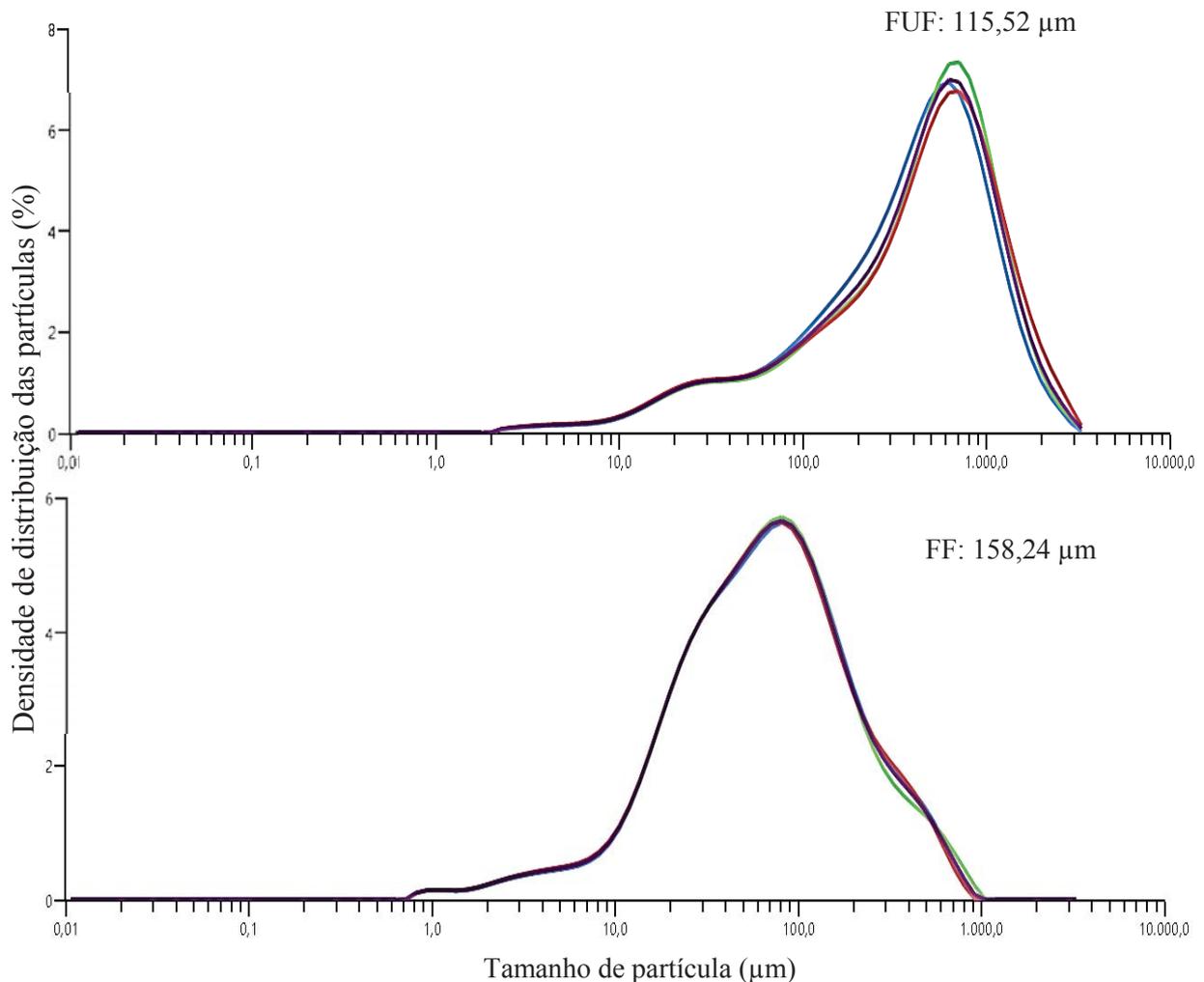
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

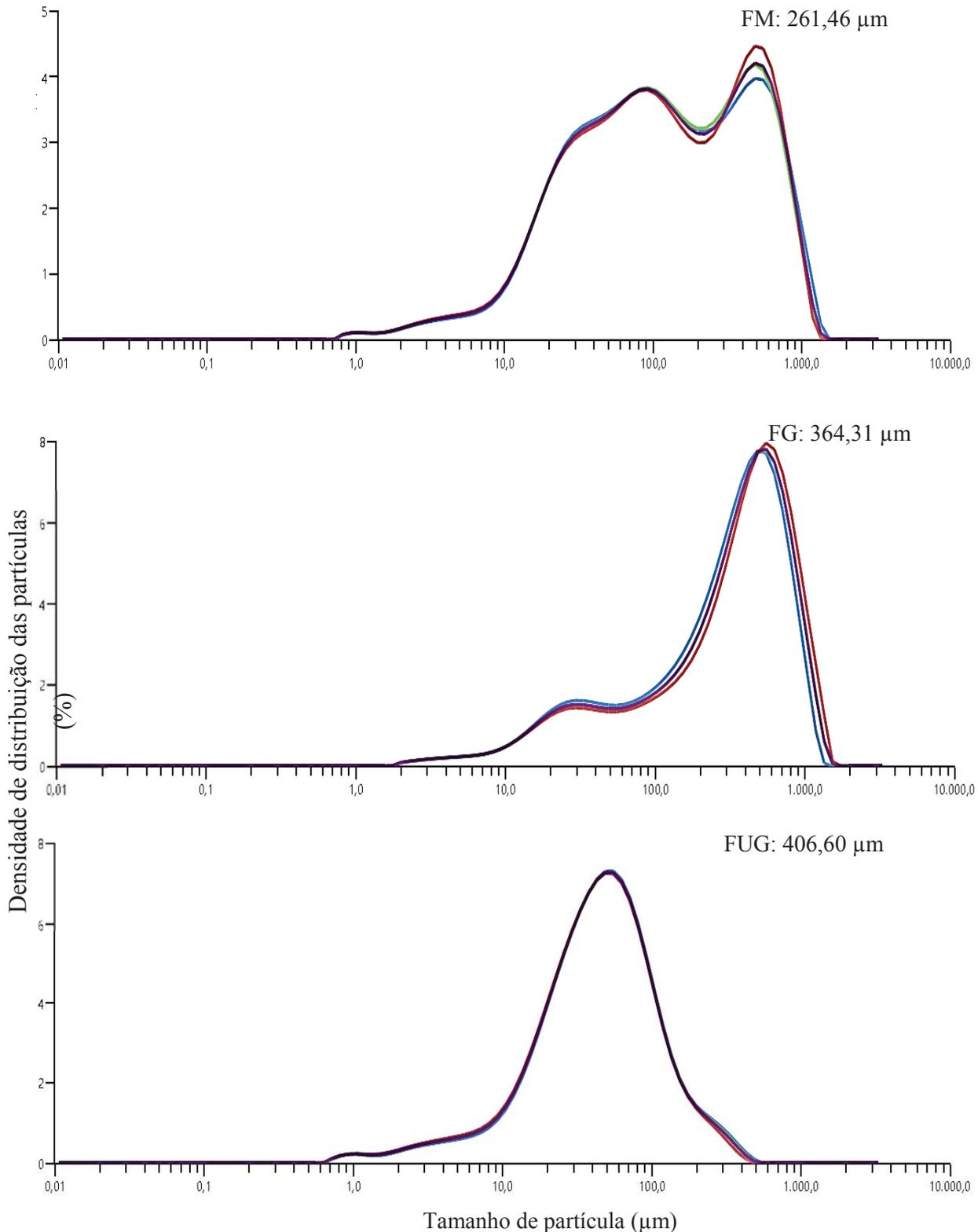
4.1 CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E PROPRIEDADES DE PASTA

4.1.1 Tamanho médio de partícula

A distribuição granulométrica das partículas na farinha de trigo obtida por difração a laser conferiu diferentes características ao material quando utilizado para a elaboração de alimentos, tornando-se um fator importante a ser determinado depois da moagem dos grãos de trigo. A Figura 8 representa o perfil de distribuição granulométrica das amostras de FTGI utilizadas neste trabalho e os seus respectivos tamanhos médios de partícula denominados para este trabalho como farinha ultrafina (FUF), farinha fina (FF), farinha média (FM), farinha grossa (FG) e farinha ultragrossa (FUG).

Figura 8 – Perfil de distribuição granulométrica das amostras de farinha de trigo de grão inteiro e tamanho médio de partícula





Resultados representam média de quatro determinações \pm desvio padrão. FUF: farinha ultrafina; FF: farinha fina; FM: farinha média; FG: farinha grossa; FUG: farinha ultragrossa. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

As cinco amostras analisadas apresentaram diferentes tamanhos médios de partículas, com variação de 266,22 µm entre a mais fina e a mais grossa. De acordo com o perfil de distribuição granulométrica das partículas, as amostras FUF, FF, FG e FUG exibiram um pico

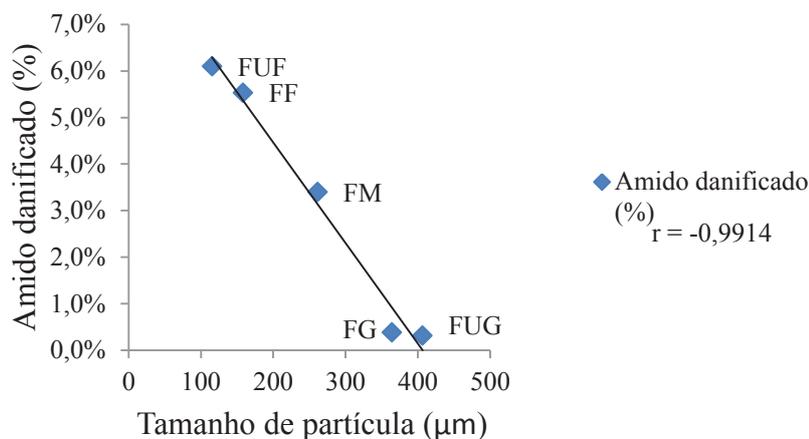
com concentração predominante, apresentando maior homogeneidade ao final da moagem e uniformidade no tamanho de partículas. Porém, a amostra de FM apresentou dois picos com concentração mais acentuadas das partículas de farinha. Neste caso, pode-se identificar grupos com distintos tamanhos de partícula, que por estar próximos um do outro não alteram as características do material, apenas expõem menor eficiência durante o processo de moagem e menor regularidade do material.

A variação nos tamanhos de partículas de farinhas de grão inteiro foi possível, devido a diferentes intensidades de forças de quebra e de cisalhamento usados na moagem do grão. Estas variações podem provocar alterações nas características funcionais e tecnológicas da FTGI (YU et al., 2015) por expor os componentes de farelo nos tamanhos de partículas menores (HEMERY et al., 2007). Bressiani (2016) elaborou FTGI com diferentes tamanhos de partículas aplicando diferentes intensidades do tratamento de moagem dos grãos, e obteve amostras homogêneas em termos de tamanho de partículas pela área de distribuição que abrangeu. Isso também foi observado nas amostras obtidas comercialmente para este trabalho. Os tamanhos médios de partícula e a distribuição granulométrica das FTGI, demonstraram que a moagem industrial do trigo para a elaboração de FTGI micronizada com diferentes tamanhos de partícula foi eficaz, resultando em um material uniforme com pouca área de dispersão das partículas.

4.1.2 Amido danificado

O amido danificado se forma durante a moagem do grão de trigo para a produção de farinha, nas etapas de quebra e redução, devido a danos mecânicos nos grânulos de amidos. O grau de dano varia com a intensidade do processo de moagem e a dureza do grão de trigo (LI; DHITAL; HASJIM, 2013). A correlação entre tamanhos de partícula das amostras de FTGI e teores de amido danificado está representada na Figura 9.

Figura 9 - Correlação entre tamanhos de partícula e teores de amido danificado



FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa.
 Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

Os resultados de amido danificado foram inversamente proporcionais aos de tamanhos de partícula. O valor de 6,1% de amido danificado encontrado na FUF está relacionado com o maior de tempo de moagem e energia fornecida para a redução do tamanho de partícula na moagem de micronização. O coeficiente de correlação do modelo (r) foi de 0,99, indicando que o teor de amido danificado representou em 99% pela variação dos tamanhos de partícula, ou seja, quando ocorreu a redução do tamanho de partícula da FTGI aumentou o teor de amido danificado. Essa correlação mostra a importância do controle de processo durante a moagem da amostra de FM. Apesar de ser verificado a presença de duas populações em sua distribuição, a menor regularidade na amostra não revelou alterações anormais nos grânulos de amido, mantendo a ascendência com a redução do tamanho de partícula.

Conforme os resultados apresentados, as amostras de FM, FG e FUG apresentaram baixo teor de amido danificado, ficando abaixo dos níveis desejáveis para produtos que passam pelo processo de fermentação que deve ser entre 5 e 8% (AQUARONE et al., 2001). Essa presença influencia no processo de absorção de água e na fermentação, em que o grânulo de amido absorve mais água e está mais suscetível à degradação enzimática. De forma geral, possíveis alterações nas propriedades de formação de massa não poderão ser atribuídas isoladamente aos grânulos de amido danificados, pois a moagem comercial utilizada para a elaboração das FTGI deste estudo manteve a qualidade tecnológica do material com níveis baixos de dano ao amido.

4.1.3 Caracterização físico-química

A Tabela 3 apresenta os valores da composição físico-química das farinhas de trigo de grão inteiro.

Tabela 3 - Caracterização físico-química das amostras de FTGI expressos em base seca

Amostra	Umidade (g/100 g)	Proteínas (g/100 g)	Lipídeos (g/100 g)	Acidez graxa(g/mg KOH)	Resíduo mineral fixo (g/100 g)	Fibra Alimentar total (g/100 g)
FUF	9,41 ^d ±0,14	14,23 ^a ±0,13	2,29 ^a ±0,23	0,07 ^a ±0,01	1,53 ^b ±0,02	12,41 ^a ±0,27
FF	9,59 ^d ±0,00	14,02 ^{ab} ±0,07	2,56 ^a ±0,02	0,07 ^a ±0,00	1,61 ^a ±0,01	12,58 ^a ±0,26
FM	11,29 ^c ±0,04	13,66 ^b ±0,07	2,54 ^a ±0,01	0,07 ^a ±0,01	1,60 ^a ±0,03	10,99 ^b ±0,33
FG	12,21 ^b ±0,12	13,86 ^{ab} ±0,08	2,54 ^a ±0,06	0,07 ^a ±0,02	1,61 ^a ±0,01	9,74 ^c ±0,09
FUG	13,52 ^a ±0,03	13,57 ^b ±0,00	2,29 ^a ±0,01	0,07 ^a ±0,00	1,61 ^a ±0,00	9,17 ^d ±0,15

Resultados expressos como média de três determinações ± desvio padrão. Valores médios seguidos de letras diferentes na mesma coluna se diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

As amostras de FTGI apresentaram valores significativamente diferentes entre si ($p < 0,05$) para a umidade que variou entre 9,4 e 13,5 g/100 g, proporcionais ao tamanho de partícula. Esta tendência está relacionada com o tempo de moagem utilizado para a redução do tamanho de partícula, sendo que tamanhos de partículas menores permaneceram mais tempo no processo de moagem, resultando em alterações na umidade do material.

Para os valores de proteína as amostras de FTGI apresentaram em média 13%. Os valores para lipídeos e acidez graxa não tiveram diferença significativa entre as amostras. A determinação destes dois parâmetros fornece dimensão da conservação qualidade da farinha de trigo, sendo que a acidez avalia o grau de degradação oxidativa dos lipídeos que podem sofrer alterações dependendo das condições do armazenamento do produto (BRASIL, 2005). Apesar de a fração lipídica representar pequena proporção da massa dos grãos, os lipídeos podem influenciar significativamente as propriedades de massa, dificultando a hidratação dos grânulos de amido (PATTISON, 2013).

O valor percentual de matéria mineral presente nas amostras apresentou pouca variação entre as amostras, com maior valor para FF. O conteúdo de fibra alimentar total variou entre 12,41 a 9,74 g/100 g (FUF - FUG) e apresentou significativa diferença entre as amostras, exceto entre as farinhas ultrafina e fina, com diferença de aproximadamente 27% quando o tamanho de partícula foi reduzido de FUG para FUF. Resultados semelhantes foram encontrados por Chau et al. (2007) e Zhu et al. (2010), os quais observaram que processos

utilizando moagem com micronização das partículas de FTGI, a redistribuição dos componentes de fibra, foi alterada através da pulverização das partículas de fibra de trigo quando o tamanho de partícula diminuiu.

Os resultados da caracterização físico-química das FTGI nos forneceu uma dimensão das características das amostras, em que o conjunto dos resultados apresentados na Tabela 4, indicou que a FTGI micronizada obtida do processo de moagem industrial manteve todas as características do material. Segundo os limites propostos pela Instrução Normativa nº 8 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, no regulamento técnico de identidade e qualidade da farinha de trigo (IN8, MAPA) as amostras de FTGI encontra-se dentro dos limites estipulados para farinha integral. Os valores de umidade e resíduo mineral fixo ficaram abaixo de 15 e 2,5%, respectivamente, e valores para proteína acima de 7,5% (BRASIL, 2005).

4.1.4 Avaliação da cor das farinhas de grão inteiro

A cor da FTGI é um dos parâmetros levados em consideração na comercialização da matéria-prima e é decisiva para a aceitabilidade dos produtos pelos consumidores (LIU et al., 2015). A Tabela 4 apresenta os valores para luminosidade (L) e coordenadas de cromaticidades a* e b* das farinhas.

Tabela 4 - Avaliação da cor das amostras de FTGI

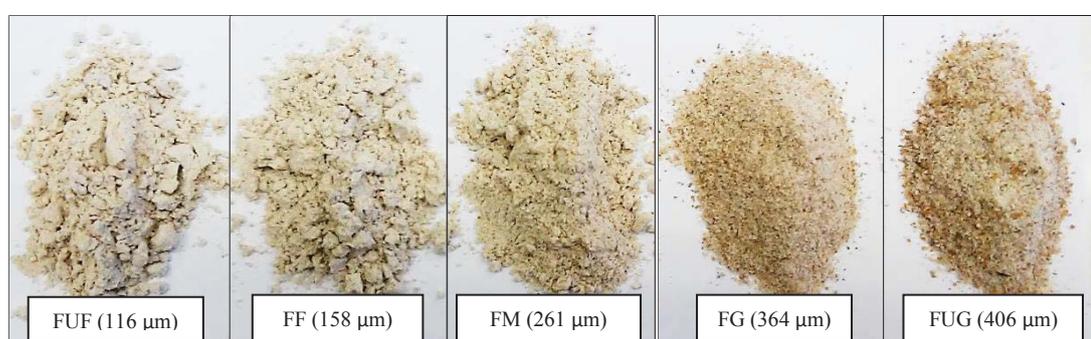
Amostra	L*	a*	b*
FUF	86,55 ^a ± 0,04	2,13 ^a ± 0,01	10,35 ^b ± 0,01
FF	85,57 ^b ± 0,10	2,16 ^a ± 0,04	10,38 ^b ± 0,19
FM	82,78 ^c ± 0,20	2,36 ^a ± 0,02	10,89 ^b ± 0,10
FG	78,98 ^d ± 0,02	2,78 ^a ± 0,04	11,69 ^a ± 0,50
FUG	78,81 ^d ± 0,05	3,13 ^a ± 0,08	10,67 ^b ± 0,31

Resultados expressos como média de três determinações ± desvio padrão. Valores seguidos de letras iguais na mesma coluna não se diferem entre si pelo teste de Tukey (p<0,05). FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

A luminosidade variou significativamente (p<0,05) entre as amostras, em que a luminosidade diminuiu com o aumento do tamanho da partícula. Tal efeito está relacionado ao grau de moagem, em que a superfície de contato dos componentes da farinha aumenta, permitindo maior reflexão da luz, quando a mesma incide sobre o material (ABEBE; COLLAR; RONDA, 2015).

As coordenadas de cromaticidade a^* e b^* , apresentaram tendências a tons avermelhados e amarelados, sendo significativo para a cromaticidade b^* . As variações observadas são referentes às camadas externas do grão de trigo, que apresentam tonalidades amareladas. A amostra FG indicou aumento na tonalidade amarela quando comparada com as demais. Apesar desta variação, alterações na coloração da FTGI são pouco perceptíveis para a cromaticidade b^* e não perceptíveis para a cromaticidade a^* . A Figura 10 apresenta as FTGI utilizadas neste estudo.

Figura 10 - Farinhas de trigo de grão inteiro com tamanhos de partículas diferentes



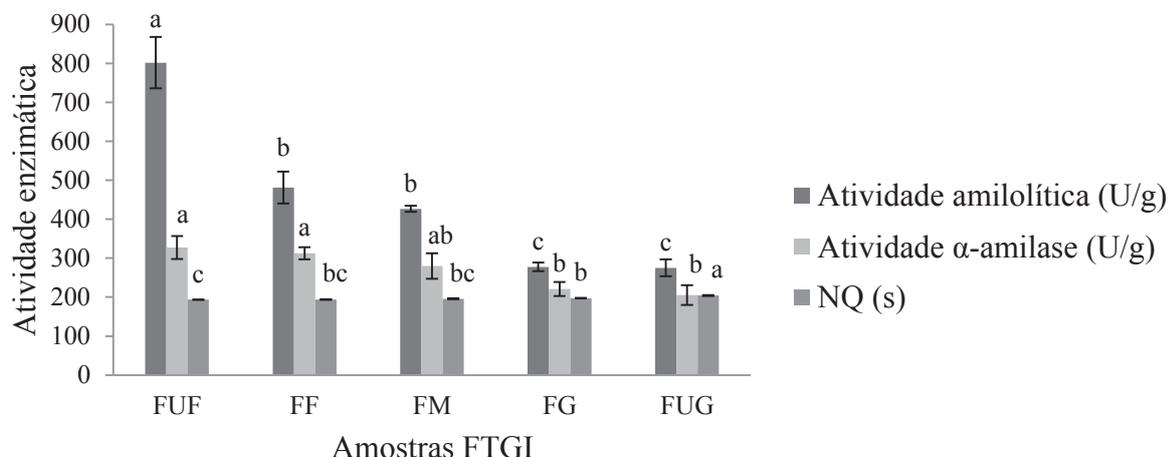
FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa.
Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

Como observado (Figura 10) as alterações na cor das farinhas de trigo de grão inteiro estão relacionadas à luminosidade, que variaram com o tamanho de partícula inerente à fração de farelo presente na farinha, mas a exposição de todos os compostos da FTGI.

4.1.5 Atividade amilolítica e α -amilase

A atividade amilolítica é uma forma de quantificar a presença e a atuação das enzimas sobre a fração amilácea da FTGI. A Figura 11 representa as tendências para a atividade enzimática das farinhas de grão inteiro de trigo com a variação do tamanho de partícula.

Figura 11 – Determinação da atividade enzimática nas FTGI



Resultados expressos como média de três determinações \pm desvio padrão. Valores médios seguidos de letras diferentes por análise diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa. U/g: uma unidade de atividade enzimática (U) corresponde à quantidade de enzima capaz de liberar 1 μ mol de glicose por minuto. NQ: Número de Queda expresso em segundos (s). Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

Para as determinações de atividade amilolítica e α -amilase, tendências decrescentes foram observadas entre os resultados quando o tamanho de partícula aumenta. A FUF teve maior atividade amilolítica entre as cinco amostras, expondo o significativo efeito da redução do tamanho de partícula, que foi de aproximadamente 34% maior quando comparado com FUG. Esta atividade demonstra que os componentes da matriz da FTGI ficam mais expostos e as interações durante a formação de massa podem ser mais acentuadas e complexas, devido a presença das camadas externas do grão e a fração de gérmen.

Alterações durante a formação da massa podem ocorrer devido a presença de excesso de atividade enzimática. Como as amostras de FTGI apresentaram altas atividades enzimáticas, possíveis alterações nas propriedades de massa e nas características dos produtos podem ser atribuídas a esta determinação. Para farinhas, a atividade de α -amilase é frequentemente estimada pelo teste de *falling number* (FN) ou número de queda (NQ). O NQ representa uma importante característica de qualidade dos produtos de grãos. Farinhas com um alto NQ (>350 s) têm uma capacidade reduzida para formar açúcares fermentáveis, enquanto que farinhas com um resultado baixo NQ (<250 s) resultam em uma massa difícil de manusear e produtos com característica entumecida devido a alta atividade enzimática (CODINA; LEAHU, 2009; PERTEN, 2011). Entre as amostras analisadas as FTGI apresentaram característica para elaboração de produtos que necessitam de altas atividades

enzimáticas ou em que a mesma não é um fator determinante para a qualidade do produto final.

Valores altos de atividade enzimática são encontrados, geralmente, em trigo com germinação pré-colheita e não são desejáveis para farinhas destinadas à produção de alimentos com processo de fermentação. Isto se deve a sua atuação sobre o amido, em que valores elevados de atividade da enzima α -amilase levam a formação de um gel fraco e é indicativo de baixa qualidade para panificação, gerando massa úmida e pegajosa, além de miolo do pão escuro, devido ao excesso de açúcares redutores que reagem com os grupamentos amino das proteínas, produzindo a reação de *Maillard*. Já as baixas atividades não irão favorecer a hidrólise do amido, mas podem prejudicar a fermentação da massa por não disponibilizar substrato suficiente para as leveduras (MELLADO, 2006; VÁZQUEZ, 2009). Contudo, isso pode ser facilmente resolvido pela adição de α -amilase, que pode ser de origem fúngica.

4.1.6 Redução do tamanho de partícula da FTGI e seus efeitos nas propriedades de pasta

Os valores para as propriedades de pasta da FTGI estão apresentados na Tabela 5.

Tabela 5 - Propriedades de pasta das amostras de FTGI

Amostra	Viscosidade máxima (cP)	Quebra (cP)	Viscosidade final (cP)	Tendência à retrogradação (cP)
FUF	761,00 ^a ± 5,00	480,67 ^a ± 3,05	1069,00 ^a ± 2,64	829,67 ^a ± 5,50
FF	748,33 ^b ± 1,52	486,33 ^a ± 7,76	945,33 ^c ± 5,85	678,33 ^c ± 9,45
FM	681,67 ^c ± 3,05	387,00 ^b ± 4,04	1049,67 ^b ± 7,63	759,33 ^b ± 4,61
FG	604,67 ^d ± 6,11	227,67 ^c ± 4,16	898,33 ^d ± 3,05	605,67 ^d ± 5,13
FUG	377,00 ^e ± 2,64	198,33 ^d ± 1,52	199,00 ^e ± 1,00	191,33 ^e ± 2,08

Resultados expressos como média de três determinações ± desvio padrão. Valores seguidos de letras diferentes na mesma coluna se diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa. cP: Centipoise. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

A viscosidade máxima da farinha está relacionada com a capacidade do amido em absorver água e se reflete na extensão da gelatinização do grânulo (MIN et al., 2010). Os valores obtidos para viscosidade máxima foram significativamente diferentes entre si ($p < 0,05$), sendo inversamente proporcionais ao tamanho de partícula da FTGI. Maiores valores de viscosidade para FUF podem ter ocorrido por influência dos componentes da farinha no meio. A FUF, devido a menor granulometria, apresenta maior superfície de contato

quando comparada com as demais FTGI, facilitando as interações químicas entre os componentes das fibras e a água. Estas interações diminuem a disponibilidade de água no meio para o intumescimento do amido, em que as fibras absorvem quantidade água significativa resultando na elevação da viscosidade máxima com o aumento da superfície de contato entre as amostras (HONGSPRABHAS; ISRAKARN; RATTANAWATTANAPRAKIT, 2007; LIU et al., 2016), mostrando que o maior tamanho de partícula resulta em menor viscosidade máxima.

Os valores para o parâmetro de quebra foram significativamente diferentes entre si ($p < 0,05$), exceto para FUF e FF, em que o tamanho de partícula também teve influência neste parâmetro. Quando ocorreu a diminuição de 291 μm no tamanho de partícula entre a FUF e a FUG a estabilidade dos grânulos diminuiu, chegando a redução de 282,34 cP, deixando as estruturas do amido mais vulneráveis e menos estáveis.

Os dois maiores valores para quebra foram observados nas FUF e FF. Este fato pode estar relacionado com a homogeneidade e o tamanho das partículas, tendo a estabilidade dos grânulos e as condições do meio muito parecidas, resultando em valores aproximados de quebra. A presença e a superfície de contato das fibras contribuíram para a baixa estabilidade dos grânulos de amido. Elas apresentaram efeito físico na matriz de gel formado, podendo ter causado a perfuração do grânulo de amido e a diminuição da estabilidade da pasta. Ainda entre as amostras de FTGI, pode-se relacionar a estabilidade dos grânulos com as interações entre amilose e amilopectina através das ligações de hidrogênio. Os tamanhos de partícula menores possibilitaram maior número de ligações de hidrogênio, permitindo maior lixiviação da amilose para o meio. Este fenômeno é atribuído a amilose, pois na estrutura radial do grânulo de amido as cadeias estão localizadas na superfície, com cadeias menores fazendo menos ligações, enquanto que a amilopectina está situada no interior e possui estrutura mais complexa (YU et al., 2015).

Além do tamanho de partícula, a atividade enzimática apresentada pelas amostras influenciou na redução da viscosidade de pasta no parâmetro de quebra. Como os valores para a atividade enzimática foram elevados (NQ entre 193 à 205 s), durante a formação dos géis com os grânulos de amido já intumescidos a susceptibilidade à ação enzimática aumentou, causando a degradação das moléculas de amido em oligossacarídeos, monossacarídeos, entre outros (MELLADO, 2006), resultando em valores de viscosidade final maiores nos tamanhos de partículas menores.

Os parâmetros de viscosidade final e de tendência à retrogradação diferiram significativamente entre as amostras ($p < 0,05$), apresentando aumento nos valores à medida

que diminuiu o tamanho de partícula das amostras de FTGI. Como estes parâmetros estão relacionados à viscosidade máxima e a quebra pode-se dizer que as interações entre as fibras pela absorção de água e o efeito do tamanho da partícula influenciaram a formação do gel, sendo que, os géis formados a partir de menores tamanhos de partículas apresentaram menor estabilidade dos grânulos de amido (CAI et al., 2014), e conseqüente, maior liberação de água para o meio, aumentando a viscosidade final para amostras com maior superfície de contato e menor tamanho de partícula.

A tendência à retrogradação pode deixar mais evidente a influência do tamanho de partícula e a estabilidade do grânulo de amido ao ser submetido à altas temperaturas seguido de resfriamento. As amostras que apresentaram maiores valores de tendência à retrogradação indicaram amidos com menor estabilidade à retrogradação. Isso se reflete na capacidade que o amido tem de manter a água no grânulo depois de resfriado. Tecnicamente, esta amostra terá menor estabilidade dos grânulos de amido depois da formação de gel, e conseqüentemente, maior tendência a formar aglomerados cristalinos pela amilose na reorganização das estruturas durante o resfriamento, conferindo ao produto final textura mais firme e palatabilidade inferior (BRESSIANI, 2016).

Os resultados obtidos para viscosidade máxima e final, assim como os valores obtidos para quebra e tendência à retrogradação não foram favoráveis para os menores tamanhos de partícula (FUF, FF e FM) para elaboração de produtos. Como o desejável são géis que apresentem estabilidade durante a elaboração e após o cozimento dos produtos, as amostras FG e FUG apresentaram características de géis com maior estabilidade de pasta e menor tendência à retrogradação, mantendo a qualidade durante o armazenamento e podendo apresentar menor firmeza de pasta quando comparado com as amostras de FTGI mais finas.

4.1.7 Determinação e características de cor e teor de resíduo mineral fixo do glúten

A determinação de glúten indica a quantidade de glúten da FTGI, sendo a quantidade e a qualidade desta fração na massa são essenciais para conferir propriedades viscoelásticas na massa, refletindo-se na qualidade do produto final. A Tabela 6 apresenta os teores de glúten para as amostras de FTGI.

Tabela 6 - Determinação e características de cor e resíduo mineral fixo do glúten

Amostra	Glúten úmido (%)	Glúten seco (%)	Índice de glúten (%)	L*	Resíduo mineral fixo (%)
FUF	38,32 ^a ± 0,44	11,85 ^a ± 0,21	93,51 ^a ± 0,14	38,40 ^c ± 1,08	4,50 ^a ± 0,26
FF	31,13 ^b ± 0,93	9,43 ^b ± 0,16	91,26 ^{ab} ± 0,71	41,76 ^b ± 1,10	4,13 ^a ± 0,06
FM	20,80 ^c ± 0,80	7,25 ^c ± 0,29	89,45 ^b ± 0,46	43,18 ^{ab} ± 0,14	1,79 ^b ± 0,24
FG	20,19 ^c ± 0,33	6,97 ^c ± 0,11	86,69 ^c ± 0,17	43,80 ^a ± 0,63	1,73 ^b ± 0,14
FUG	20,03 ^c ± 0,14	6,98 ^c ± 0,59	82,36 ^d ± 0,79	43,69 ^a ± 0,55	0,73 ^c ± 0,01

Resultados expressos como média de três determinações ± desvio padrão. Valores seguidos de letras diferentes na mesma coluna se diferem entre si pelo teste de Tukey (p<0,05). L*: Luminosidade (0 preto à 100 branco).

FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa.

Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

Os teores de glúten úmido e seco confirmaram a influência do tamanho de partícula entre as amostras FUF e FF, apresentando diferença significativa (p<0,05) e não diferindo para FM, FG e FUG. Nas amostras FUF e FF, que apresentaram menor tamanho de partícula, a diferença de glúten úmido foi mais acentuada, levando a um aumento de 18,29 e 11,11%, respectivamente, quando comparadas com a FUG. A principal influência no glúten úmido deve-se a variação da superfície de contato das fibras e a disponibilidade das proteínas a interagirem com água durante a formação do glúten. As proteínas formadoras do glúten, gliadina e glutenina, são insolúveis em água e interagem para formar da rede proteica sob trabalho mecânico. Quando o tamanho de partícula da FTGI apresentou superfície de contato menor, a água tem acesso limitado para promover a interações com as proteínas, diminuindo o número de ligações dissulfeto (WIESER; KIEFFER, 2001). Outros fatores que podem ter interferido na qualidade de formação da rede glúten como a presença dos compostos fitoquímicos da fração de farelo, que são expostos nos tamanhos de partícula menores, interferindo nas ligações de dissulfeto (ZHU et al. 2010).

O glúten seco é obtido à partir da fração de glúten úmido, quando a umidade inicialmente incorporada na rede é removida, permanecendo aproximadamente 1/3 da massa de glúten úmido (POMERANZ, 1977). Apenas as amostras FUF e FF não apresentaram estas proporções. Isto está relacionado com as fibras retidas no glúten durante o processo de lavagem. As fibras que permaneceram no meio são apontadas como material higroscópico, que tem grande afinidade para interagir com a água e outros componentes da farinha como amido e glúten (ROOZENDAAL; ABUHARDAN; FRAZIER, 2012). Como os menores tamanhos de partícula retiveram frações de farelo durante a lavagem da massa, a exposição dos grupos hidroxilas das fibras teve mais afinidade de ligar-se com as moléculas de água aumentando o teor de glúten úmido, não correspondendo com a massa seca. Os resultados de

luminosidade (L^*) e resíduo mineral fixo do glúten favorecem a discussão sobre a influência do farelo como interferência na formação da rede de glúten. Os valores de L^* do glúten tendem a tons mais claros quando o tamanho de partícula aumenta, correspondendo ao resíduo mineral fixo, que aumentou no glúten nos menores tamanhos de partículas.

O índice de glúten apresentou diferença significativa ($p < 0,05$) entre as amostras, sendo o tamanho de partícula inversamente proporcional a este índice. As amostras FUF e FF apresentaram os maiores valores, que relacionaram-se mais uma vez com a fração de farelo retido no glúten, em que a presença do mesmo pode ser caracterizada como efeito físico de tamanho da partícula e ainda, que a fração de farelo deixou a rede de glúten mais rígida e menos extensível. Wang e colaboradores (2004) encontraram relações de índice de glúten semelhantes e concluíram que a fração de farelo tem efeito negativo sobre a formação do glúten, prejudicando sua qualidade.

O observado entre as amostras foi que a presença do farelo de trigo influência na formação do glúten, sendo que, tamanhos maiores de partículas apresentaram os menores valores, pois retêm amido e proteínas sobre a estrutura do farelo após a moagem, que são retirados do meio quando a massa é lavada durante o processo de análise. Este efeito não é observado em partículas menores. Além da redução do tamanho de partícula disponibilizar maior quantidade de proteínas e amido, a lavagem da massa não retira todo o farelo no meio, permanecendo frações incorporadas na rede. Este efeito não foi observado para tamanhos de partículas maiores, em que ocorreu a retirada da fração de farelo do glúten, podendo estar relacionado a isso o menor teor de glúten nas amostras FM, FG e FUG.

Na análise da determinação de glúten trabalha-se com diferenças de massas entre os parâmetros de glúten úmido, seco e índice de glúten. Desta forma, os tamanhos de partículas menores, em que os valores obtidos para os parâmetros de glúten foram maiores, consiste em um resultado falso positivo, pois os maiores valores de glúten úmido, seco e índice de glúten não são inerentes a melhor e mais forte rede de glúten, e sim à maior presença de fibras, que altera a consistência da massa, para cada tamanho de partícula, podendo indicar valores maiores que os reais e alterar a qualidade da rede.

De forma geral, observa-se que na análise de glúten que todos os parâmetros sofreram influências físicas e químicas, não representando a qualidade da FTGI, e sim uma elevada interferência das fibras, bem como a interação das moléculas de água para com os componentes da FTGI, que se evidenciou como um elemento fundamental na formação e desenvolvimento da rede de glúten.

Os resultados da caracterização físico-química e propriedades de pasta das amostras de FTGI indicaram que a moagem industrial para elaboração de FTGI micronizada manteve as características das amostras. Nas determinações de amido danificado e cor, a diminuição do tamanho de partícula apresentou melhora nas características de qualidade, em que, o amido danificado aumentou e apresentou o desejado para elaboração de massas destinadas a produtos fermentados, enquanto que a cor da FTGI apresentou maior luminosidade com a diminuição do tamanho de partícula. Ainda, as fibras tiveram efeito mais evidente e foram precursoras de várias interações, percebidas principalmente nas propriedades de pasta e na formação da rede de glúten. Estas interações alteraram o comportamento do material com intensidades variadas conforme os tamanhos das partículas das FTGI variaram.

4.2 ESTUDOS DE PROPRIEDADES DE MASSA

4.2.1 Propriedades de mistura da massa

A qualidade da farinha, massa e do produto final pode ser mensurada através da avaliação das propriedades de mistura da massa, que envolve processos de hidratação da matéria prima e a avaliação de resistência oferecida pela massa quando submetida à ação mecânica de mistura (SINGH et al., 2011). A determinação de propriedades de mistura da massa foi realizada à fim de avaliar os efeitos de tamanhos de partícula da FTGI e as concentrações de enzima xilanase na capacidade de absorção de água, no tempo necessário para que a massa atinja seu desenvolvimento máximo a partir da hidratação e amassamento, na estabilidade e na tolerância apresentada pela massa durante a mistura. Na Tabela 7 estão apresentadas as respostas das propriedades de mistura da massa das amostras de FTGI com diferentes tamanhos de partícula e concentrações de enzima xilanase.

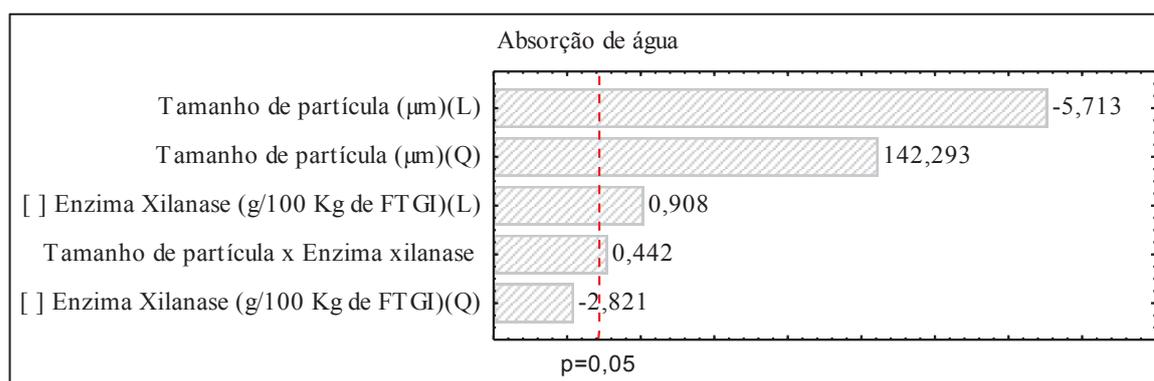
Tabela 7 – Valores experimentais das determinações de absorção de água (AA), estabilidade da massa (E), tempo de desenvolvimento da massa (TDM) e índice de tolerância à mistura (ITM) da massa de amostras de FTGI com diferentes tamanhos de partícula e concentrações de enzima xilanase

Ensaio	X ₁	X ₂	AA (%)	E (min)	TDM (min)	ITM (UP)
1	158 (FF)	2,0	76,45 ± 0,14	12,05 ± 0,35	9,65 ± 0,07	75,00 ± 1,41
2	363 (FG)	2,0	70,27 ± 0,00	9,80 ± 0,28	9,0 ± 0,42	83,50 ± 0,70
3	158 (FF)	10,0	76,38 ± 0,05	10,5 ± 0,42	8,8 ± 0,14	105,50 ± 0,70
4	363 (FG)	10,0	71,41 ± 0,06	8,60 ± 0,00	8,90 ± 0,14	106,5 ± 0,70
5	116 (FUF)	6,0	77,55 ± 0,00	10,95 ± 0,07	14,05 ± 0,07	39,00 ± 1,41
6	406 (FUG)	6,0	72,47 ± 0,10	7,75 ± 0,07	9,30 ± 0,14	103,00 ± 1,41
7	261 (FM)	0,36	73,05 ± 0,07	10,95 ± 0,21	9,50 ± 0,28	68,50 ± 2,12
8	261 (FM)	11,64	74,31 ± 0,06	9,00 ± 0,28	10,70 ± 0,98	81,50 ± 13,43
9	261 (FM)	6,0	73,70 ± 0,03	10,40 ± 0,00	11,30 ± 0,56	57,00 ± 0,01
10	261 (FM)	6,0	73,71 ± 0,02	10,30 ± 0,14	11,55 ± 0,35	58,00 ± 1,41
11	261 (FM)	6,0	73,65 ± 0,07	10,85 ± 0,21	11,25 ± 0,21	60,00 ± 1,41

X₁ = tamanho de partícula (µm); X₂ = concentração da enzima xilanase (g/100 kg de farinha). FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa. Fonte: elaborado pelo autor (2017).

A Figura 12 representa os efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para o parâmetro absorção de água (AA) das propriedades de mistura da massa.

Figura 12 – Representação dos efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase na absorção de água da massa de amostras de FTGI



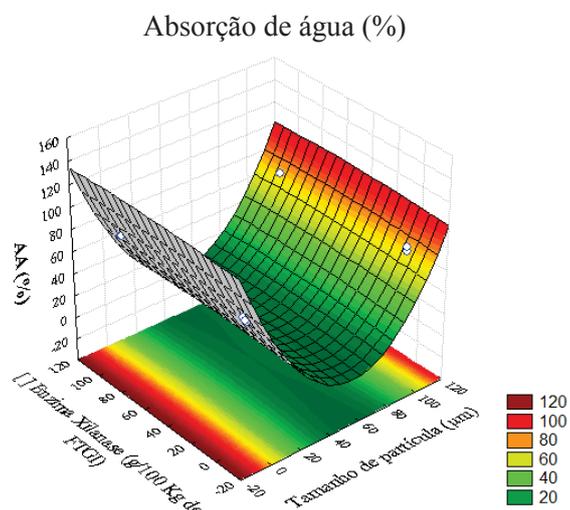
L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. p: Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade para as barras que ultrapassam a direita da alinha vermelha ($p < 0,05$). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

O tamanho de partícula e a concentração de enzima xilanase apresentaram efeitos linear e quadrático significativos ($p < 0,05$), sobre a AA. O efeito da concentração da enzima foi positivo, entretanto o aumento na absorção de água derivado do aumento da concentração

de enzima não era esperado, pois a tendência é de diminuição na absorção, devido à hidrólise dos arabinoxilanos.

De acordo com a análise da regressão (Apêndice B, Tabela 15), observou-se que os dados experimentais ajustaram-se ao modelo de segunda ordem, visto que $F_{\text{calculado}}$ (234,487) foi maior que F_{tabelado} (2,852), com coeficiente de determinação (R^2) de 0,986, mostrando-se adequado para explicar a variância total da resposta. O modelo matemático empírico de 2ª ordem obtido para variáveis significativas e não significativas está apresentado no Apêndice B, Tabela 17. Considerando que o modelo foi válido, o mesmo pode ser utilizado para gerar a superfície de resposta de absorção de água da massa de amostras de FTGI (Figura 13).

Figura 13 - Efeito de tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase na absorção de água (AA) da massa elaborada com FTGI



FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

A partir da superfície resposta, observou-se que os menores valores de AA foram encontrados para as combinações em qualquer nível de concentração da enzima xilanase com níveis médios (FM) de tamanho de partícula da FTGI, podendo ser destacado o ponto de mínimo para o efeito significativo de tamanho de partícula (Q).

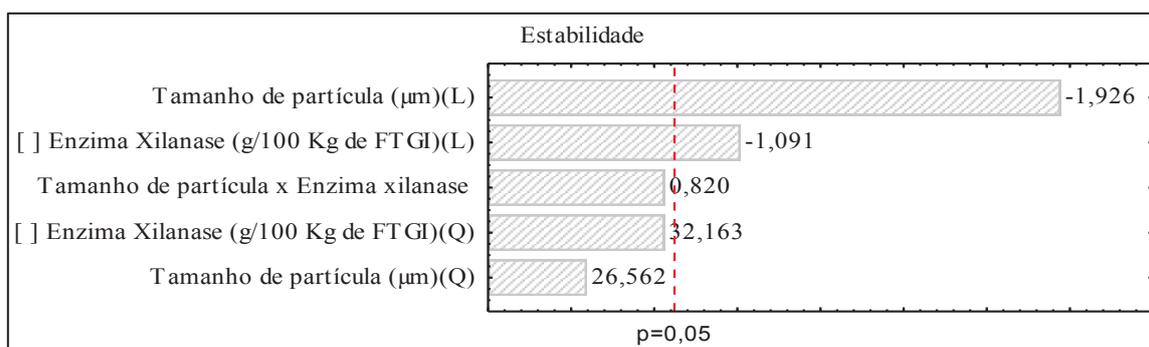
Já é conhecido que o aumento na absorção de água ocorre quando as partículas das FTGI são reduzidas a tamanhos menores e isso se deve a possibilidade de interações das fibras com as moléculas de água (BOITA et al, 2016). Entre os resultados obtidos, foram observadas tendências divergentes, em que não foi esperado o aumento na absorção de água com a adição da enzima xilanase. Além da absorção de água pelas fibras, a maior exposição do amido pode ter causado o acréscimo na AA. Como as amostras de FUF e FF foram mais fragmentadas, os aglomerados amiláceos ficaram com sua superfície de contato aumentada,

elevando seu poder de intumescimento. Pode-se relacionar também, mas não exclusivamente, os valores de amido danificado. O dano no grânulo de amido pode ter facilitado a AA, pela maior exposição dos grupos hidroxila, através do rompimento de ligações do tipo pontes de hidrogênio entre amilose e amilopectina, favorecendo o aumento de absorção de água pela farinha, quando comparado com o grânulo de amido inteiro.

Quando avaliadas combinações de tamanhos de partículas iguais com concentrações de enzima diferentes, a combinação com maior concentração de enzima xilanase apresentou superior absorção de água. Em meio reacional, o que pode ter ocorrido é a hidrólise incompleta dos arabinoxilanos, uma vez que, a reação ocorre de forma sequencial em ligações específicas. Não ocorrendo a hidrólise completa, a fragmentação das estruturas dos arabinoxilanos podem ter aumentado o potencial de ligação com água, expondo mais agrupamentos OH na superfície das fibras, conferindo maior polaridade e aumentando a característica hidrofílica e as ligações de hidrogênio no meio, elevando a quantidade de água necessária para o desenvolvimento ideal da massa.

A Figura 14 representa os efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para o parâmetro estabilidade das FTGI.

Figura 14 - Representação dos efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para estabilidade da massa elaborada com FTGI



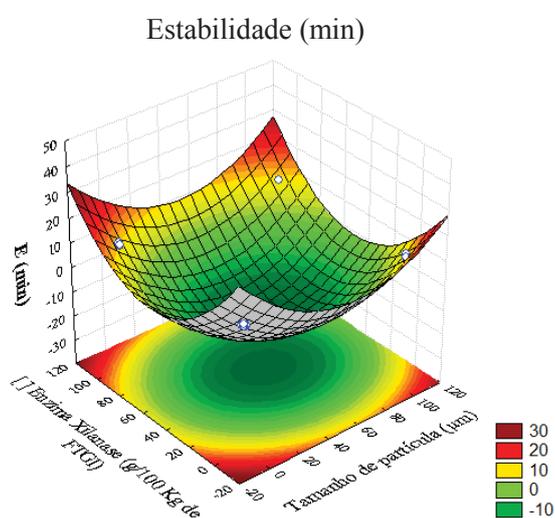
L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. p: Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade para as barras que ultrapassam a direita da linha vermelha ($p<0,05$). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

Durante o processo de elaboração da massa com FTGI, o efeito do tamanho de partícula e da concentração da enzima xilanase é negativo sobre a estabilidade ($p<0,05$), ou seja, quando a FTGI tem o tamanho de partícula reduzido, a massa tolerou menores tempos de mistura antes que a rede de glúten formada perdesse força e as características de manipulação. Este efeito também foi observado para as concentrações de enzimas aplicadas, em que

ocorreu a diminuição da estabilidade da massa quando concentrações maiores de enzimas são adicionadas, correspondendo ao efeito negativo.

De acordo com a análise da regressão (Apêndice B, Tabela 15), observou-se que os dados experimentais se ajustaram ao modelo de segunda ordem (Apêndice B, Tabela 17), com coeficiente de determinação (R^2) de 0,74, sendo adequado para justificar a variância total da resposta. A Figura 15 representa o diagrama de superfície com ponto mínimo correspondente ao modelo de segunda ordem que estabelece a variação da estabilidade em função do tamanho de partícula da FTGI e concentração da enzima xilanase.

Figura 15 – Efeito de tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase na estabilidade da massa (E) de amostras de FTGI



FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

A análise da superfície de resposta não representou os melhores resultados para combinações de tamanho de partícula e concentrações da enzima xilanase. Três fenômenos podem ser atribuídos a estas observações, sendo que a primeira está relacionada à hidrólise dos arabinosilanos das fibras, segunda: a característica redutora da enzima xilanase em sistemas de massa, podendo interferir nas ligações dissulfeto, e terceira: possíveis interferências por compostos químicos presentes nas fibras do grão de trigo (COURTIN; DELCOUR, 2002; ROHN, 2014; WANG et al., 2004). Como já discutido no parâmetro de AA, a hidrólise parcial das estruturas de arabinosilanos podem ter causado interferências na rede de glúten pela presença física da fibra e interações químicas com a rede de glúten causando a diminuição da estabilidade da massa.

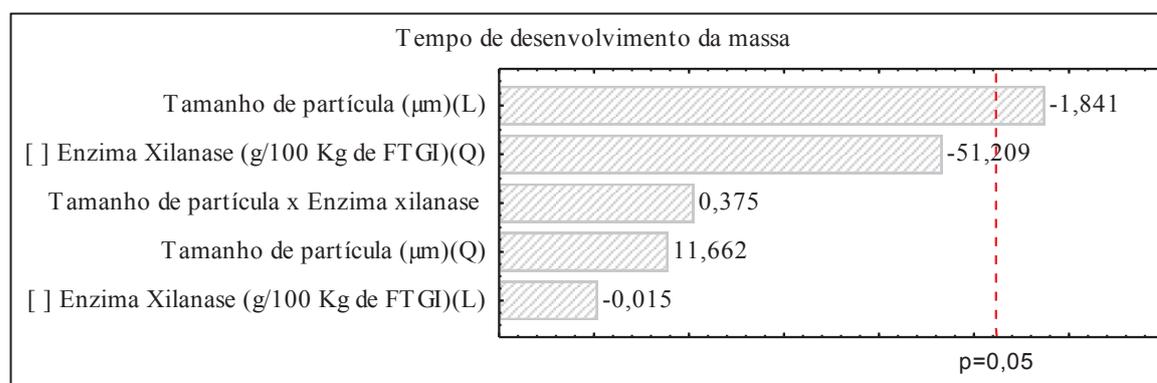
O segundo fator está relacionado com comportamento redutor da enzima xilanase sobre a rede proteica. Mudanças nas conformações das proteínas de glúten com a presença das

fibras e da enzima podem ter causado alterações nas estruturas secundárias. Segundo Silvam et al. (2013; 2012) a diminuição das ligações dissulfeto intermoleculares na massa pode ter causado a perda de estabilidade. Conforme Wieser (2007) a maioria das proteínas estão no estado oxidado para a formação das ligações dissulfeto intra ou intermoleculares e estas são alvo para a maioria das reações de redução que ocorrem durante a formação de massa com a presença da enzima xilanase e em FTGI. Ainda, os efeitos sobre a rede proteica, podem ser atribuídos a presença de compostos químicos na fração de farelo da FTGI, liberados com o rompimento das células estruturais das camadas externas do grão.

Primo-Martín et al. (2005) sugeriram que os compostos aromáticos ligados as fibras podem corroborar para a quebra de ligações dissulfeto entre as proteínas nas amostras de FTGI. O composto fenólico mais abundante é o ácido ferúlico que está ligado aos arabinoxilanos e é indicado por apresentar comportamento redutor nas interações entre resíduos de aminoácido cisteína (APPRICH et al., 2013; ROSA et al., 2013; WANG et al., 2004). Como a enzima xilanase hidrolisa e expõem mais estes compostos, a rede de glúten pode ter perdido a qualidade por formar mais sulfidrilas livres no meio, resultando na diminuição da estabilidade da farinha ao amassamento.

Em comparação com a AA e a estabilidade, o TDM apresentou apenas efeito significativo para tamanho de partícula linear. A Figura 16 apresenta os efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para a resposta TDM nas amostras de FTGI.

Figura 16 - Representação dos efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para o parâmetro tempo de desenvolvimento da massa elaborada com FTGI

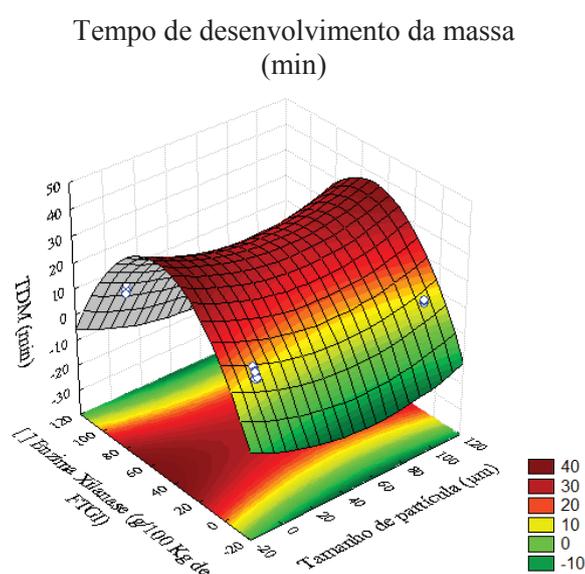


L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. p: Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade para as barras que ultrapassam a direita da alinha vermelha ($p < 0,05$). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

O tamanho de partícula propicia um desenvolvimento mais rápido da massa, com abreviação de aproximadamente 2 min no tempo de amassamento.

De acordo com a análise da regressão (Apêndice B, Tabela 15), observou-se que os dados experimentais ajustaram-se ao modelo de segunda ordem (Apêndice B, Tabela 17), sendo que o mesmo foi utilizado para gerar a superfície de resposta para o tempo de desenvolvimento da massa, representada na Figura 17.

Figura 17 – Efeito de tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase no tempo de desenvolvimento da massa (TDM) elaborada com FTGI

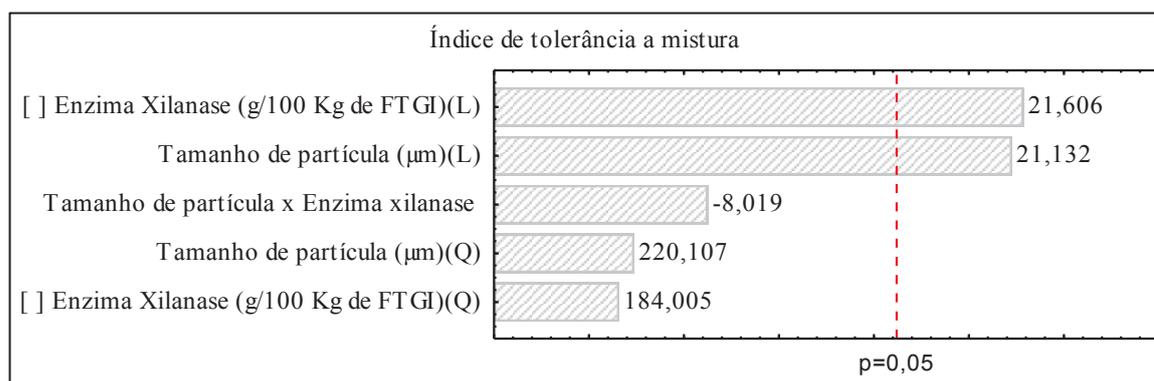


Para o TDM a combinação da concentração de enzima média (ponto central) com mesmo nível para o tamanho de partícula resultou em TDM menor, atingindo a consistência ideal em menos tempo de amassamento. Este parâmetro pode ser relacionado com a absorção de água. As relações podem ser baseadas na superfície de contato entre as farinhas com a velocidade de hidratação dos componentes da matriz da FTGI. Como observado no parâmetro absorção de água, à medida que o tamanho de partícula da FTGI diminuiu, a absorção de água aumentou e isso se refletiu no desenvolvimento da massa, resultando em um TDM maior. Vale notar que a hidratação adequada do farelo é dependente do tamanho de suas partículas. Awika (2011) observou que grandes partículas de farelo absorvem água de forma relativamente lenta e o processo de difusão das extremidades para centro requer mais tempo durante a absorção, o que não é observado na moagem para FUF e FF.

O efeito do tamanho de partícula e da concentração da enzima xilanase apresentou significância ($p < 0,05$) em valores positivos sobre o ITM. Estes efeitos estão, mais uma vez

relacionadas com a superfície de contato das fibras e a atuação da enzima xilanase. A Figura 18 representa os efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para o parâmetro ITM elaborada com FTGI.

Figura 18 - Representação dos efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para o parâmetro de índice de tolerância à mistura da massa elaborada com FTGI



L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. p: Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade para as barras que ultrapassam a direita da alinha vermelha ($p < 0,05$). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

Nestes efeitos, observou-se separadamente o efeito de interação entre tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase, evidenciado no parâmetro absorção de água. Essa relação foi possível, pois quando o tamanho de partícula é reduzido a enzima encontra mais sítios para realização da hidrólise nos arabinosilanos deixando a massa mais extensível, reduzindo a tolerância ao amassamento (NAWROCKA et al, 2014).

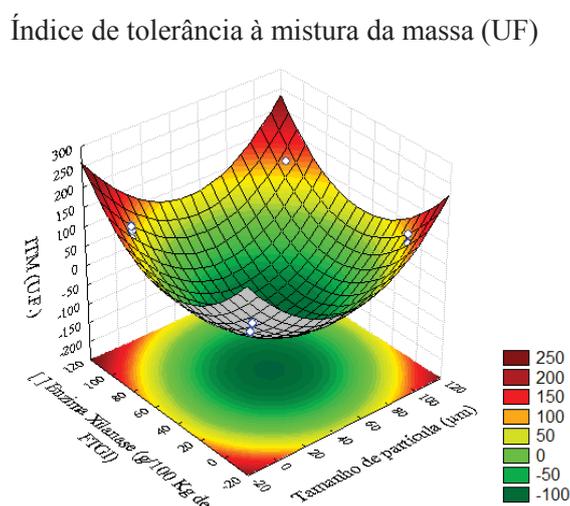
De forma individual, o tamanho de partícula menor causa maior impacto sobre o rompimento da rede de glúten, e tolera menos tempo de amassamento quando comparado com tamanhos de partículas maiores, expondo mais os compostos químicos presentes nas fibras, que podem ter corroborado com o efeito significativo da enzima. O tempo de realização da análise também pode ter interferido. A atuação e o efeito da enzima são observados em maiores tempos de ensaios, e a atuação da enzima será percebida mais ao final do ensaio. Assim, a hidrólise dos arabinosilanos começará a ser mais evidente ao final do processo, em que, o aumento de viscosidade causada pela formação de hidrolisados diminuiu a tolerância ao amassamento quando a concentração de enzima aumentou.

Outra relação importante feita foi comportamento do índice de tolerância à mistura da massa com a estabilidade da mesma. Como observado em tamanhos de partículas menores, a estabilidade da massa se mostrou menor, em comparação com os tamanhos de partículas maiores. Isto pode ser relacionado de forma direta, em que FTGI que apresentaram menor

estabilidade resistem menos ao tempo de amassamento, levando a degradação da rede de glúten em menor tempo.

Considerando o efeito linear significativo para as duas variáveis em estudo, foi observado que de acordo com a análise da regressão (Apêndice B, Tabela 15), os dados experimentais ajustaram-se ao modelo de segunda ordem (Apêndice B, Tabela 17), com coeficiente de determinação (R^2) de 0,74, mostrando-se adequado para explicar a variação total da resposta, sendo que, o modelo foi utilizado para gerar a superfície de resposta para o ITM da massa, representada na Figura 19.

Figura 19 – Efeito de tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase no índice de tolerância à mistura da massa (ITM) elaborada com FTGI



FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

A superfície de resposta gerada, apresenta valores otimizados para o índice de tolerância à massa, em que o tamanho de partícula da FM em combinação com a concentração de enzima xilanase de 6,0 g/100 kg apresentaram os valores mais baixos e ideais, conforme proximidade com o ponto central do delineamento.

Os resultados dos efeitos encontrados pelo ensaio de promilografia demonstrou que, as alterações causadas nos parâmetros de propriedades de massa foram causados, em sua maioria pela presença das fibras, não considerando os efeitos físicos e químicos de forma separada, mas sim considerando a relação entre os dois através da superfície de contato das partículas de FTGI, indicando a complexidade dos mesmos durante a formação de massa. Os efeitos que podem ser destacados nos parâmetros de propriedades de massa são a velocidade de reação para a formação de massa (devido à variação da superfície de contato da matriz da FTGI,

levando em consideração interação entre os componentes da FTGI) e o tempo de atuação da enzima xilanase, que ficaram mais evidentes nos parâmetros TDM e ITM.

Além disso, perceberam-se comportamentos diferentes sobre a atuação da enzima xilanase com a variação do tamanho de partícula da FTGI. Seu efeito é mais perceptível nas FTGI com tamanhos de partículas menores, com atuação sobre as fibras e na agregação das proteínas formadoras da rede de glúten, prolongando seu desenvolvimento e diminuindo a estabilidade e a tolerância à mistura da massa.

4.2.2 Resistência à extensão e extensibilidade da massa

As propriedades de extensão da massa indicam o comportamento viscoelástico da massa. A Tabela 8 apresenta a resistência à extensão e extensibilidade da massa em função das variáveis independentes tamanho de partícula da FTGI e concentração da enzima xilanase.

Tabela 8 – Valores experimentais das determinações de propriedades de resistência à extensão e extensibilidade da massa elaborada com FTGI com diferentes tamanhos de partícula e concentrações de enzima xilanase

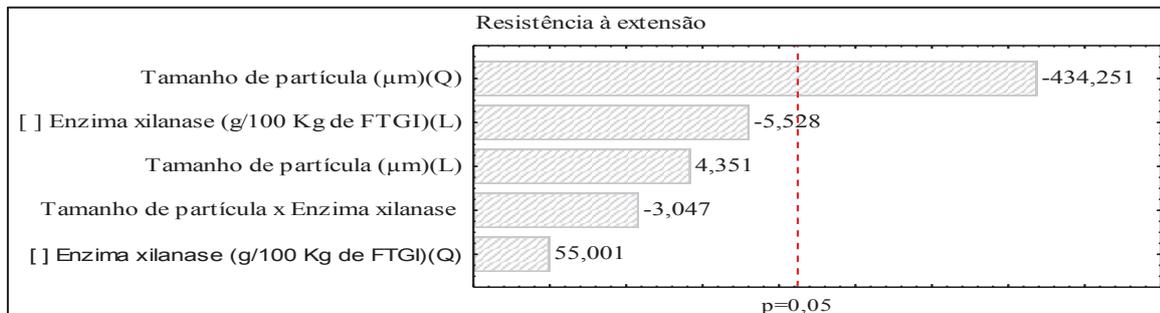
Ensaio	X ₁	X ₂	Resistência à extensão (g)	Extensibilidade (mm)
1	158 (FF)	2,0	28,13 ± 0,07	19,23 ± 0,08
2	363 (FG)	2,0	27,30 ± 0,31	22,65 ± 0,08
3	158 (FF)	10,0	23,72 ± 0,07	16,63 ± 0,46
4	363 (FG)	10,0	19,87 ± 0,07	17,66 ± 0,91
5	116 (FUF)	6,0	7,21 ± 0,07	15,61 ± 1,83
6	406 (FUG)	6,0	20,42 ± 0,70	21,02 ± 0,28
7	261 (FM)	0,36	28,73 ± 0,62	18,65 ± 0,18
8	261 (FM)	11,64	22,29 ± 0,07	20,49 ± 0,10
9	261 (FM)	6,0	28,90 ± 0,47	19,55 ± 0,42
10	261 (FM)	6,0	29,17 ± 0,15	18,53 ± 0,44
11	261 (FM)	6,0	28,29 ± 0,31	19,05 ± 0,05

X₁ = Tamanho de partícula (µm); X₂ = Concentração da enzima xilanase (g/ 100 kg de FTGI). FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

As propriedades de extensão de massa são os fatores reológicos críticos que têm grande impacto sobre os atributos dos produtos e na qualidade final dos alimentos (BAE et al., 2014). A resistência à extensão está relacionada a propriedade da massa em resistir a uma força aplicada e sua tendência em retornar à forma original (elasticidade), enquanto que a extensibilidade é a medida da deformação da massa (SULLIVAN et al., 2010). Para Konlenic et al. (2010) a combinação de resistência e extensibilidade definem as características de uso

do trigo. A Figura 20 representa os efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima para resistência à extensão e extensibilidade.

Figura 20 – Representação dos efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para resistência à extensão da massa

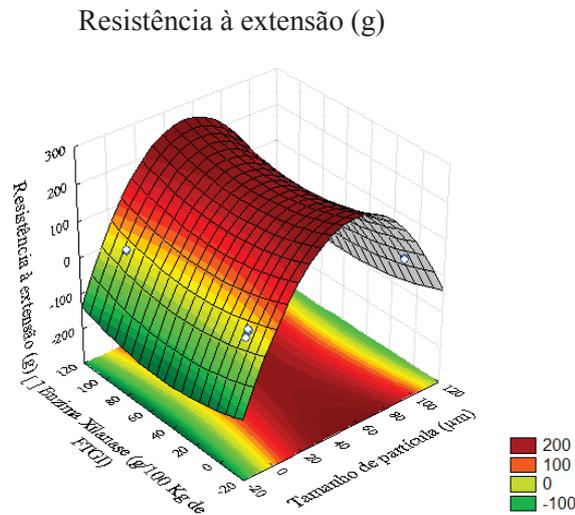


L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. p: Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade para as barras que ultrapassam a direita da alinha vermelha ($p < 0,05$). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

Os valores para os efeitos de resistência à extensão foram significativos ($p < 0,05$) para a variável independente tamanho de partícula quadrático nos níveis e intervalos testados. Isso demonstra que o tamanho de partícula interferiu na resistência da massa.

O coeficiente de determinação (0,54) foi baixo e não é adequado para explicar a variância total da resposta, apenas para o estudo da tendência de variação da resposta. Neste caso o ajuste do modelo de regressão seria necessário eliminar possíveis interferências entre as variáveis, deixando mais claro a significância apresentada. A partir do modelo de segunda ordem foi gerada a superfície de resposta (Figura 21) para a resposta resistência à extensão da massa.

Figura 21 – Efeito de tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para a resistência à extensão da massa elaborada com FTGI

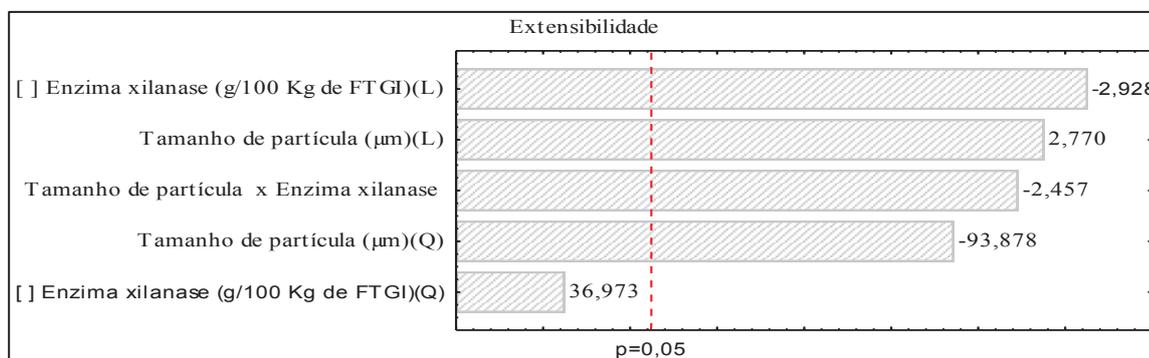


FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

Para a resistência a extensão pode ser destacado o tamanho de partícula da amostra FM que apresentou melhor característica de qualidade da massa elaborada, sendo que, as amostras FUF e FF não são favoráveis. Bressiani (2016) indicou o mesmo comportamento para FTGI com tamanhos de partículas variados, no qual o tamanho médio de partícula também foi indicado como ideal para formação de massa.

Os efeitos das variáveis para a extensibilidade da massa (Figura 22) apresentou significância ($p < 0,05$) para todos os parâmetros, exceto para a concentração da enzima xilanase (Q). A massa apresenta característica mais viscosa, quando são combinados maiores tamanhos de partícula e concentrações de enzima. O efeito de aumento na extensibilidade da massa quando maiores concentrações de enzima xilanase foram utilizadas, foi devido ao tempo de realização da análise, que possibilitou maior tempo para a atuação da enzima, e a forma de atuação da mesma. A massa preparada com os níveis de concentração de enzima mais elevados causaram maiores reações de redução entre as ligações sulfídricas, formado sulfidrilas livres e maior deformação da massa (STEFFOLANI et al., 2010).

Figura 22 – Representação dos efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para a extensibilidade da massa



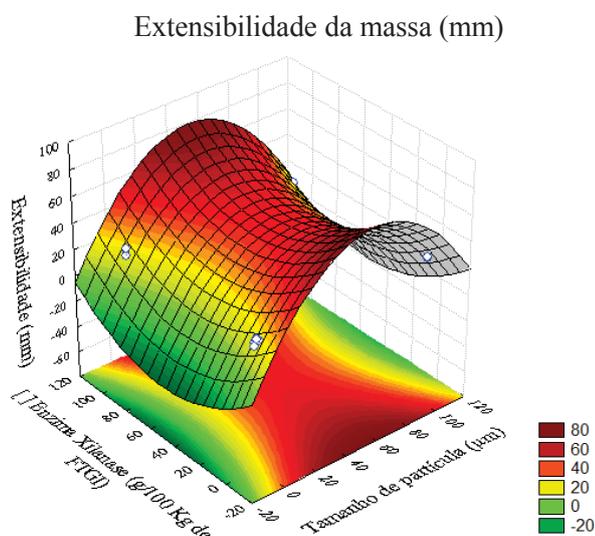
L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. p: Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade para as barras que ultrapassam a direita da alinha vermelha ($p < 0,05$). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

O efeito de interação entre as variáveis deste estudo para a extensibilidade da massa pode ser explicada pela ação da enzima xilanase sobre a matriz da FTGI. Nas amostras de tamanho de partículas menores todos os componentes da FTGI estão mais expostos e isto permitiu que a enzima tivesse maior acesso as fibras que são o substrato para as reações de degradação dos arabinosilanos, e ainda, a rede de glúten sofreu a ação da enzima xilanase com a degradação das ligações sulfídricas. Estas reações causaram menor extensibilidade da massa.

Considerando as variáveis com efeito significativo, foi realizada a análise de regressão (Apêndice B, Tabela 15), em que os dados experimentais ajustaram-se ao modelo de segunda ordem (Apêndice B, Tabela 17) e o mesmo foi utilizado para gerar a superfície de resposta.

Na superfície de resposta (Figura 23) pode ser observado que em qualquer concentração de enzima xilanase combinada com tamanhos de partícula médios, a massa apresentou maiores valores de extensibilidade, com atenuação nos valores quando são aplicadas concentrações de enzima xilanase intermediárias. Estes efeitos são confirmados pelo coeficiente de determinação que explica 0,79 da variância total das respostas.

Figura 23 – Efeito de tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para a extensibilidade da massa de amostras de FTGI



FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

As FTGI quando submetidas a análises de resistência à extensão e extensibilidade, apresentaram valores mais altos para o tamanho de partícula da FTGI média, e quando o tamanho de partícula diminuiu ou aumentou a partir da FM as propriedades de extensão foram prejudicadas. Esta tendência é indicada pelo efeito negativo das fibras sobre a formação da rede de glúten, sendo através da diluição da proteína do glúten ou interações da fibra e o glúten (WANG et al., 2003 e NOORT et al. de 2010).

Em todas as análises reológicas realizadas, uma grande variação entre os resultados foi encontrada. Isso deixa claro que os componentes da FTGI, em especial a fração da fibra, exercem efeito significativo sobre a formação de massa. De forma geral, as propriedades de massa estudadas apresentaram em maior parte efeitos ligados a alteração nas interações das proteínas formadoras de glúten, sendo que na maioria das discussões ficou evidente a forte interferência das fibras no meio, através do tamanho de partícula e interações físico-químicas com a matriz da FTGI, que refletiram na qualidade tecnológica da farinha. Para a atuação da enzima xilanase muitos dos seus efeitos foram sobrepostos pela forte intensidade dos efeitos causados pelas fibras, demonstrando que sua atuação sobre o substrato também sofre modificações quando o tamanho de partícula da FTGI é variado. Foi possível constatar a partir das análises realizadas que a enzima teve maior afinidade de atuação sobre o substrato proteína, pois nas propriedades de mistura da massa a enzima apresentou comportamento inesperado para o parâmetro AA, possivelmente pela falta de atuação da enzima sobre os arabinoxilanos.

4.2.3 Avaliação da qualidade tecnológica da farinha na elaboração de pães

As alterações reológicas observadas durante a formação de massa podem ser percebidas como dificuldades tecnológicas na manipulação e elaboração de alimentos, podendo causar alterações na qualidade do produto final, quando são utilizadas FTGI.

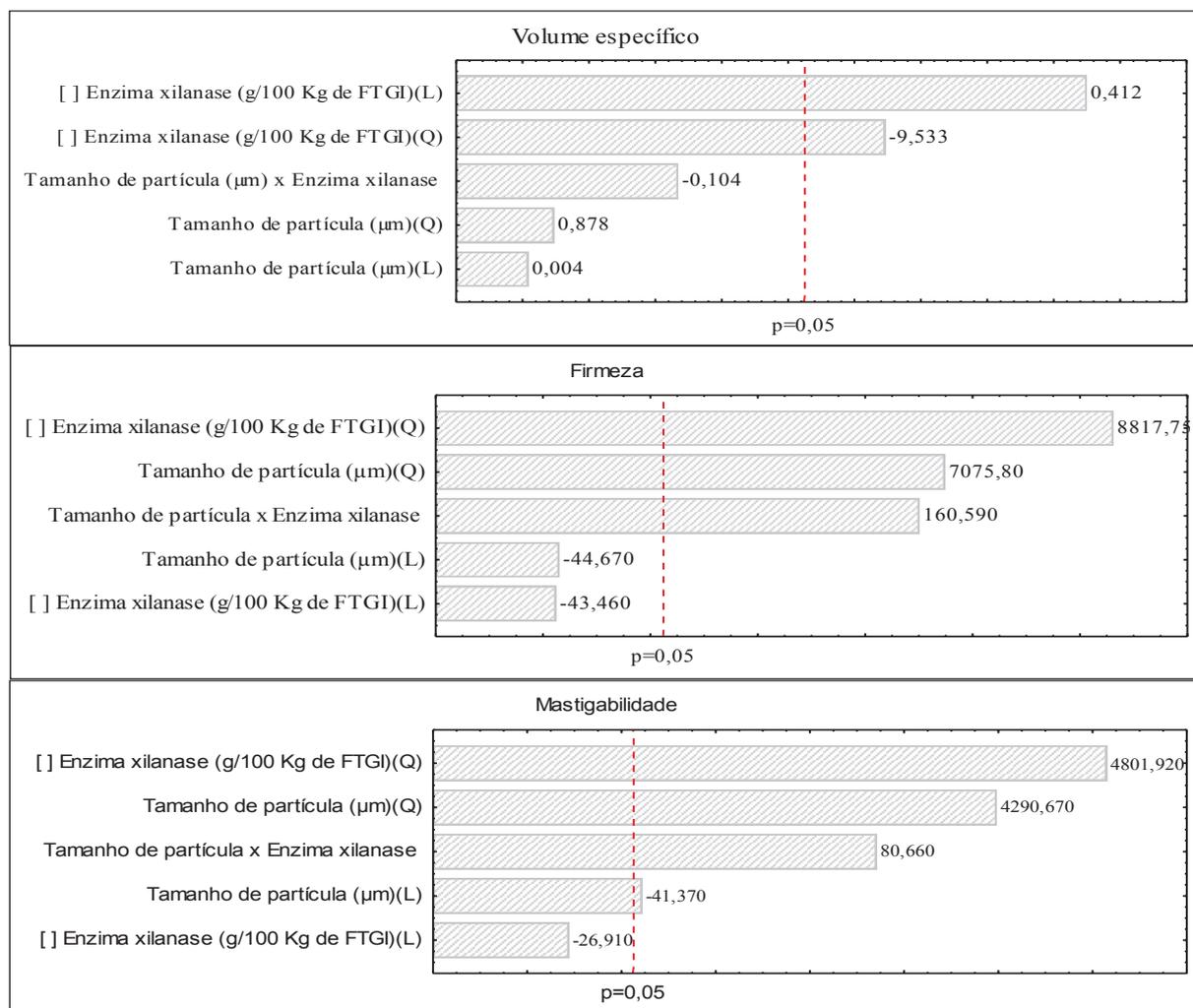
A Tabela 9 e a Figura 24 apresentam os dados e as estimativas dos efeitos das variáveis obtidas na avaliação das características tecnológicas dos pães de forma elaborados com as FTGI combinados com concentrações da enzima xilanase.

Tabela 9 – Valores experimentais das avaliações das características de qualidade tecnológicas de pães elaborados com FTGI de diferentes tamanhos de partícula e concentrações de enzima xilanase

Ensaio	X ₁	X ₂	Volume específico (mL/g)	Firmeza (g)	Mastigabilidade (N)	Cor dos pães					
						Crosta			Miolo		
						L*	a*	b*	L*	a*	b*
1	158 (FF)	2,0	3,27±0,13	534,38±11,90	331,80±6,21	52,62±0,85	14,42±0,39	32,23±0,49	60,51±0,26	5,87±0,19	23,38±0,14
2	363 (FG)	2,0	3,24±0,00	445,69±3,58	246,05±1,28	56,62±0,37	11,72±0,14	28,47±0,26	64,17±0,19	5,14±0,03	21,78±0,15
3	158 (FF)	10,0	3,61±0,01	450,98±3,42	264,91±8,16	53,85±0,07	14,13±0,04	30,94±0,06	61,31±0,02	5,96±0,15	24,20±0,10
4	363 (FG)	10,0	3,47±0,10	483,02±2,95	261,81±1,17	56,06±0,23	12,02±0,03	28,31±0,13	64,29±0,33	5,09±0,11	21,91±0,30
5	116 (FUF)	6,0	3,12±0,01	473,77±3,73	263,68±3,55	54,87±0,91	12,91±0,51	32,04±0,04	60,33±0,08	6,05±0,13	24,68±0,38
6	406 (FUG)	6,0	3,28±0,12	242,39±0,38	154,28±1,77	55,92±0,17	11,32±0,41	27,04±0,51	65,56±1,77	4,74±0,18	21,63±0,02
7	261 (FM)	0,36	2,78±0,11	539,17±1,86	291,02±1,15	55,12±0,14	13,13±0,01	30,37±0,75	63,20±0,11	5,53±0,21	22,60±0,12
8	261 (FM)	11,6 ⁴	3,33±0,01	324,63±7,08	194,83±1,25	55,25±0,19	12,59±0,09	29,12±0,07	62,48±0,13	5,68±0,01	23,15±0,02
9	261 (FM)	6,0	3,10±0,13	276,77±15,29	173,98±0,21	51,93±0,61	14,00±0,11	29,75±0,23	60,58±0,84	5,55±0,19	22,86±0,31
10	261 (FM)	6,0	3,40±0,11	280,48±0,07	159,02±1,75	52,53±0,02	13,33±0,05	28,62±0,03	61,09±0,12	5,63±0,04	23,08±0,14
11	261 (FM)	6,0	3,26±0,00	232,75±5,76	139,89±3,01	55,09±0,01	12,82±0,01	29,75±0,07	61,35±0,18	5,68±0,03	23,32±0,09

X₁ = Tamanho de partícula (µm); X₂ = Concentração da enzima xilanase (g/ 100 kg de FTGI). FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

Figura 24 – Representação dos efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para as características de qualidade volume, firmeza e mastigabilidade dos pães



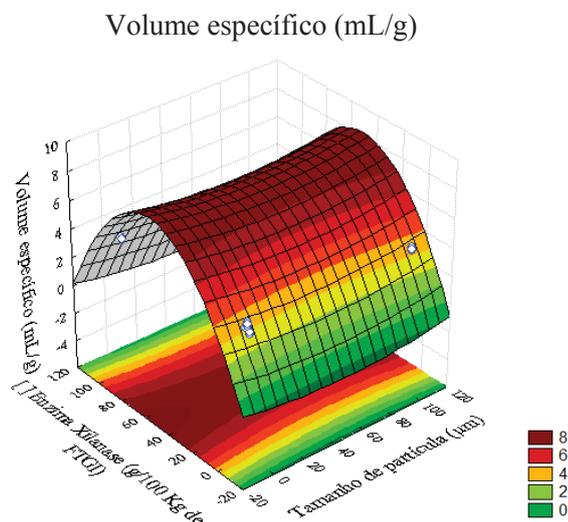
L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. p: Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade para as barras que ultrapassam a direita da alinha vermelha ($p < 0,05$). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

Os efeitos estimados para a variável concentração de enzima xilanase demonstrou efeito significativo positivo, indicando o aumento no volume específico com o aumento da concentração de enzima, e ainda, indicação de ponto máximo para superfície de resposta no efeito quadrático.

De acordo com a análise da regressão (Apêndice B, Tabela 16), observou-se que os dados experimentais ajustaram-se ao modelo de segunda ordem, visto que $F_{\text{calculado}}$ (4,931) foi maior que F_{tabelado} (2,852), com coeficiente de determinação (R^2) de 0,606. O modelo matemático empírico de 2ª ordem obtido para variáveis significativas e não significativas está apresentado no Apêndice B, Tabela 17. Considerando que o modelo foi válido para a variável

resposta concentração de enzima xilanase (L e Q), o mesmo foi utilizado para gerar a superfície de resposta para o volume específico dos pães representado na Figura 25.

Figura 25 – Efeito de tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para o volume específico dos pães de amostras de FTGI



FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

A partir da superfície de resposta, foram observados melhores resultados para os pães elaborados a partir da combinação de níveis intermediários para a concentração de enzima xilanase (6 g/100 kg) em qualquer tamanho de partícula, sendo que esta foi a concentração ótima para a elaboração de pão de forma com FTGI. Quando as concentrações foram alteradas a partir do ponto central para maior ou menor o volume específico diminuiu. Estas observações podem ser destacadas entre os ensaios 7 (FTGIM + 0,36 g/ 100 kg FTGI) e 8 (FTGIM + 11,64 g/100 kg de FTGI), em que a maior concentração resultou em pães com miolo mais macios, chegando a 16,63% de diferença.

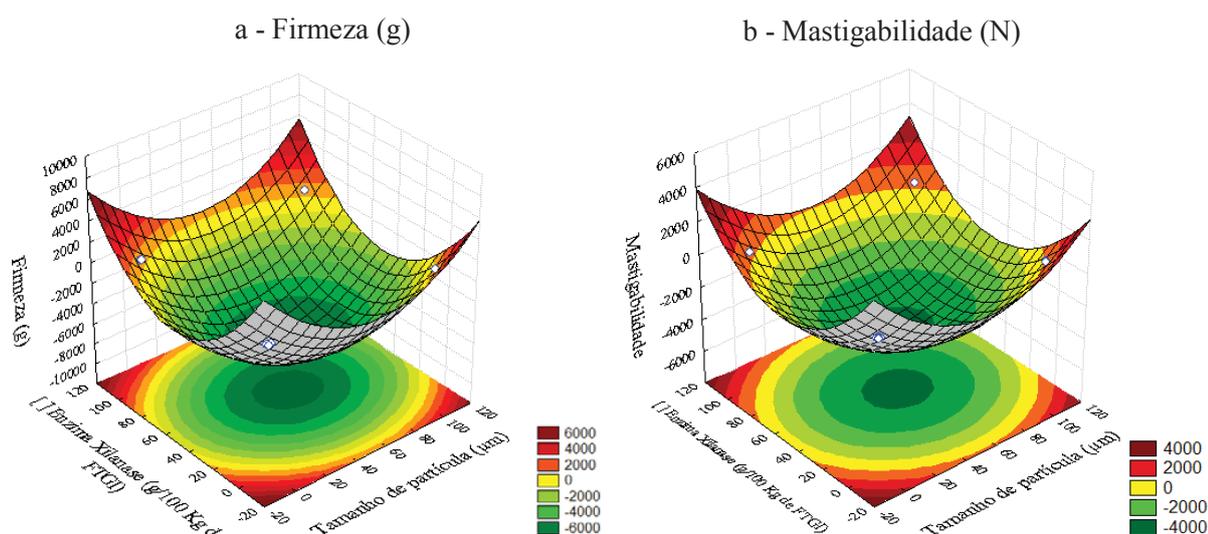
Os efeitos podem ser justificados pelas alterações que a enzima causou na massa. A maior extensibilidade com a presença da enzima facilitou o processo de fermentação, sendo que os gases formados permitiram que a rede de glúten expandisse com maior facilidade elevando o volume dos pães, não apresentando efeitos de tamanho de partícula. Em concentrações acima e abaixo do ponto central, a massa apresentou os menores volumes, isso se deve a maior resistência à extensão apresentada em tamanhos de partículas menores e a superdoses da enzima em tamanhos de partículas mais grossos que enfraqueceu muito a massa. Resultados semelhantes foram encontrados por Steffolani et al. (2012) e Yang et al.

(2014) que encontraram efeitos positivos sobre a capacidade de expansão da massa e volume do pão, em concentração de 8 g/ 100 kg para o estudo de Steffolani.

As relações discutidas acima influenciaram também nos parâmetros de firmeza e a mastigabilidade dos pães que apresentaram efeitos estimados para a concentração de enzima e tamanho de partícula, indicando pontos de mínimo na curvatura da superfície de resposta.

De acordo com a análise da regressão (Apêndice B, Tabela 16), observou-se que os dados experimentais ajustaram-se aos modelos de segunda ordem (Apêndice B, Tabela 17) e os mesmos foram utilizados para gerar as superfícies de resposta para os parâmetros de firmeza e mastigabilidade dos pães, representados na Figura 26 a e b.

Figura 26 – Efeito de tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase na firmeza e mastigabilidade dos pães elaborados com FTGI



FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

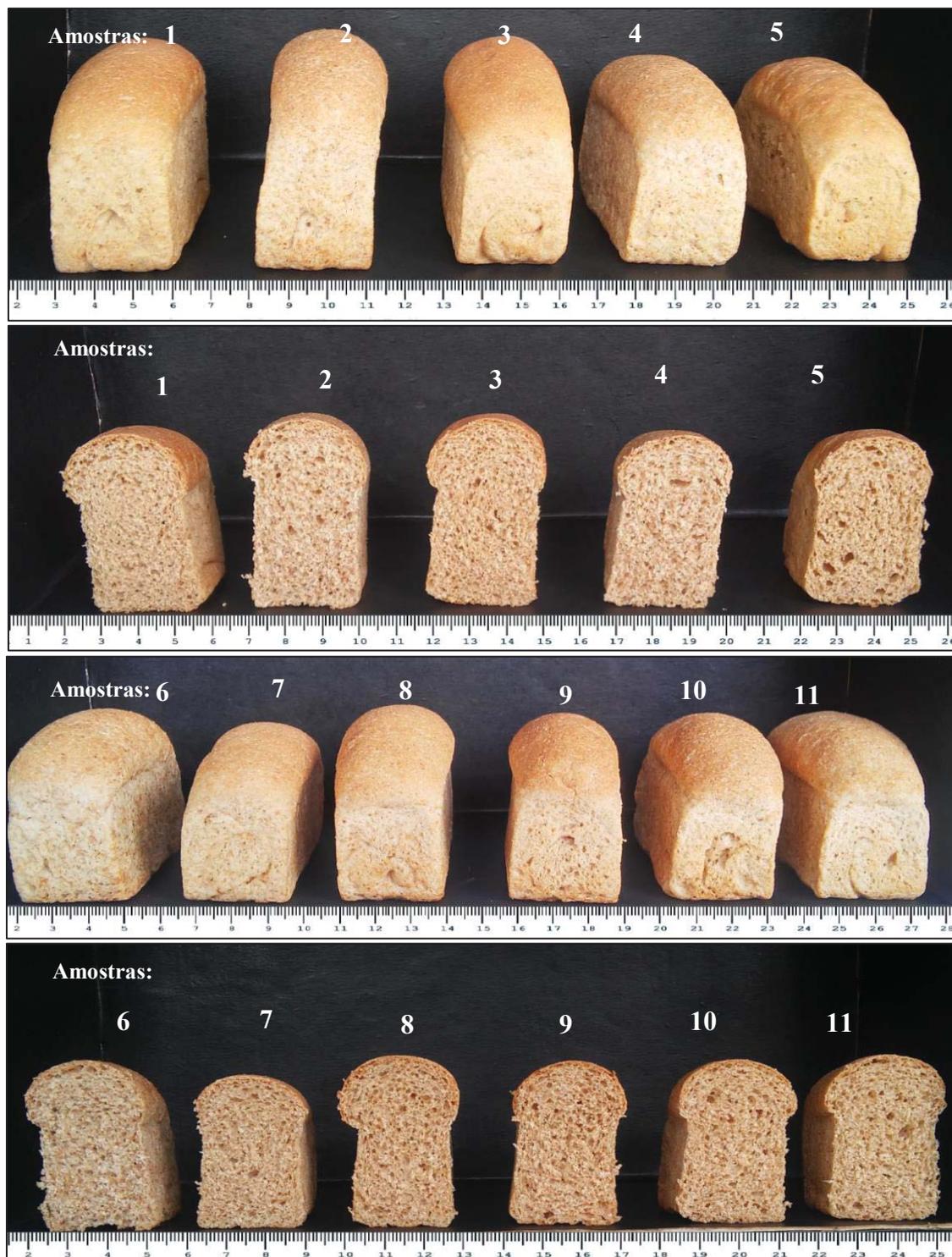
A superfície de resposta gerada para firmeza e mastigabilidade dos pães, apresenta valores ótimos com a combinação intermediárias de tamanho de partícula (FM) e concentração de enzima (6,0 g/ 100 kg) com o menor valor, de aproximadamente 260 g para firmeza e 157 N para mastigabilidade. A melhora destes parâmetros confirma a influência da enzima sobre o volume específico dos pães.

Os resultados de volume específico e firmeza para os pães, demonstraram ainda, que os valores encontrados de atividade da enzima α -amilase e propriedades de pasta podem ter interferido no processo de fermentação do pão. Altas atividades da enzima α -amilase (abaixo de 250 s) foram encontradas nas FTGI neste estudo. Estas atividades podem ter causado elevadas taxa de hidrólise da fração amilácea, liberando grande quantidade de açúcar

fermentescível no meio (STRUYF; VERSPREET; COURTIN, 2016), causando alta fermentação da massa e, conseqüente aumento da elasticidade. Desta forma, pode-se indicar que a amostra FM suporta altas atividades enzimáticas, não causando perdas significativas de qualidade. Já para as propriedades de pasta apresentou maior tendência à retrogradação nos tamanhos de partícula menores (FF e FUF). Estas observações podem ter indicado maiores taxas de alterações dos polímeros amiláceos a partir do estado amorfo para o estado cristalino mais organizado, resultando em valores maiores de firmeza e de mastigabilidade (GHOSHAL; SHIVHARE; BANERJEE, 2016).

A Figura 27 apresenta os 11 pães elaborados com a combinação dos níveis das variáveis tamanho de partícula e concentrações de enzima xilanase. Para as amostras de pães pode-se observar diferentes características, dentre elas está o volume específico e o perfil colorimétrico. Nas amostras 1, 3 e 5 os pães apresentaram a formação alveolar do miolo bastante fechada, sendo que o ensaio 5 apresenta pequenos buracos caracterizando defeitos advindos de um possível excesso de atividade enzimática, causando alterações nos parâmetros do perfil de textura. Estas são características sensoriais decisivas na hora da escolha do produto para a compra e consumo. Como já são bem conhecidos, os produtos elaborados a partir de FTGI apresentam colorações diferenciadas, que nem sempre agradam os consumidores acostumados com produtos advindos da utilização de farinhas tradicionais (brancas).

Figura 27 - Pães de forma elaborados com a combinação de diferentes tamanhos de partículas e concentrações variadas de enzima xilanase

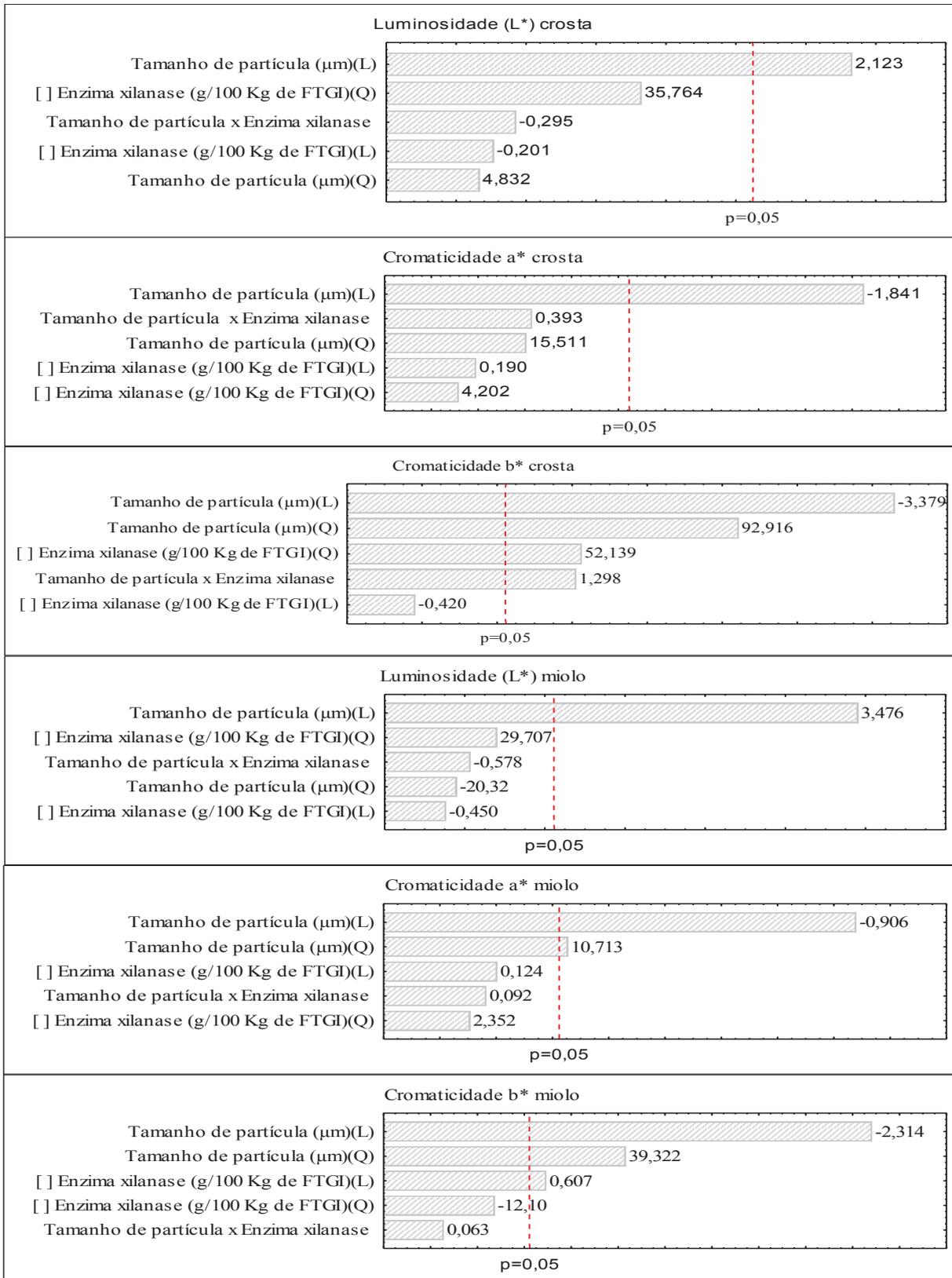


FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. Amostra 1: FF + 2,0 g de enzima/100 kg. Amostra 2: FG + 2,0 g de enzima/ 100 kg. Amostra 3: FF + 10 g de enzima/100 kg. Amostra 4: FG + 10 g de enzima/100 kg. Amostra 5: FUF + 0,6 g de enzima/100 kg. Amostra 6: FUG + 0,6 g de enzima/100 kg. Amostra 7: FM + 0,36 g de enzima/100 kg. Amostra 8: FM + 11,64 de enzima/100 kg. Amostras 9, 10 e 11: FM + 0,6 g de enzima/100 kg. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

Para o perfil de coloração dos pães pode ser destacado (Tabela 9) tendência inversa quando comparada com as FTGI (Tabela 4). Tamanhos de partículas maiores resultaram em pães com luminosidade maior sendo que a redução do tamanho de partícula não foi favorável para o aumento da luminosidade nos pães. Estas tendências podem ser observadas na Figura 25, tomando como comparativo os ensaios 5 e 6 (FUF e FUG) com a mesma concentração de enzima xilanase (6,0 g/100 kg). A diferença de 291 μm da FTGIUF para FTGIUG, não apresentou melhora na luminosidade dos pães. Isso se relacionou com o grau de fragmentação das amostras. Quando o tamanho de partícula é menor (UF e FF) a fração de farelo está mais fragmentada e causou a diluição do endosperma amiláceo caracterizado pela coloração branca. No momento da incidência do feixe de luz as partículas de fibras absorveram mais a luz diminuindo a luminosidade dos pães.

A significância do tamanho de partícula para a L^* , coordenadas de cromaticidade a^* e b^* da crosta e miolo dos pães está confirmada na Figura 28, que apresenta a estimativa dos efeitos para o perfil colorimétrico dos pães.

Figura 28 Representação dos efeitos estimados das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para as características de coloração da crosta e miolo dos pães



L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. p: Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade para as barras que ultrapassam a direita da alinha vermelha (p<0,05). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

Para as coordenadas de cromaticidades a^* e b^* o tamanho de partícula também se destaca entre os efeitos para as variáveis em estudo. As tendências apresentadas são tons avermelhados e amarelados característicos das camadas externas do grão (farelo). Os carotenoides, pigmentos orgânicos que existem amplamente em grão, são responsáveis pela coloração amarelada (OLIVER; BLAKENEY; ALLEN, 1993), conseqüentemente, afetam a cor de produtos, tais como os elaborados por FTGI.

Os efeitos estimados para as concentrações de enzima podem ser justificados pela atuação da enzima que pode melhorar algumas características sensoriais dos pães (STEFFOLANI et al., 2012). Yang et al. (2014) também identificaram a influência da enzima xilanase, quando aplicada em massas de FTGI. Atribuíram a atuação da enzima como inibidor de escurecimento enzimático, por curto ou longo prazo. Em colaboração com os resultados encontrados pelos autores, este trabalho também demonstrou que quando aplicada diferentes concentrações de enzima para o mesmo tamanho de partícula, o miolo apresenta maiores valores para coordenada de cromaticidade b^* em concentrações maiores de enzima xilanase.

A atividade enzimática apresentada pelas amostras de FTGI pode ter auxiliado nas alterações da coloração dos pães. As altas concentrações de enzima α -amilase podem ter intensificado a coloração do produto, pelo resultado da reação de *Maillard*, que ocorre entre grupo amina do aminoácido (proteína) e um açúcar redutor (carboidrato) na presença de altas temperaturas (POSNER, 2009). Como a fermentação da massa de FTGI tornou-se uma fonte rica destes componentes (principalmente maltoses), os pães elaborados com tamanho de partícula menor possibilitaram maior reação de hidrólise do amido, resultando na coloração mais escura.

Como os efeitos para a coloração dos pães não apresentaram grandes alterações para crosta e miolo, as superfícies de respostas não serão representadas. Mas de forma geral, a avaliação da qualidade tecnológica da farinha demonstrou a possibilidade de elaboração de pães com todos os tamanhos de partículas e concentrações de enzima xilanase, mas dentre os pães elaborados podemos destacar a FM combinados com enzima xilanase na concentração de 6,0 g/100 kg de FTGI. Nos resultados de volume específico, firmeza e mastigabilidade estas combinações apresentaram os melhores valores e as características ideais para pão de forma. Já para os atributos de coloração, L^* , a^* e b^* os maiores resultados foram expressos para os maiores tamanhos de partícula.

4.2.4 Escolha dos ensaios para análises químicas e de morfologia da massa

Os parâmetros considerados para a escolha dos ensaios foram: teor de glúten, propriedades da massa e as características de qualidade dos pães de forma. Vários efeitos foram observados nas análises realizadas. O que pode ser destacado entre elas é a influência mais evidente do tamanho de partícula nas propriedades de massa, e de forma mais discreta as concentrações de enzima aplicadas. Esta primeira constatação, mostrou que com a variação do tamanho de partícula, o comportamento na atuação da enzima também é modificado, diminuindo a intensidade dos efeitos sobre a massa.

As alterações nas propriedades de massa foram observadas com mais evidência em tamanhos de partículas menores, com a perda de qualidade da massa quando a superfície de contato dos componentes da FTGI foi aumentada, possibilitando maiores interações físico-químicas. Os melhores valores encontrados para o tamanho de partícula nas propriedades de mistura da massa e resistência a extensão e extensibilidade, foi a amostra FM com tamanho de partícula de 261,45 μm . Segundo Bressiani (2016) partículas mais grossas possuem maior impacto sobre a rede de glúten devido à ação de impedimento estérico causada pelas fibras durante o desenvolvimento da massa. Já as partículas mais finas sugere que a maior superfície de contato proporciona combinação de mecanismos físicos e químicos agindo sobre a formação e funcionalidade da rede de glúten na presença das camadas externas do grão, expondo compostos fitoquímicos reativos liberados durante o processo de moagem devido à maior ruptura celular das camadas externas. Desta forma, tamanhos de partículas muito pequenas não favoreceram a formação de massa, bem como partículas muito grandes.

Já para as concentrações de enzima, os parâmetros com efeitos significativos ($p < 0,05$) apresentaram os melhores resultados para a formação de massa nas concentrações de enzima xilanase 6,0 g/110 kg, trazendo variações ao longo das análises. Esta concentração ficou mais evidente na avaliação de qualidade tecnológica da FTGI. Com a atuação da enzima sobre a rede glúten e sobre os arabinoxilanos, a massa apresentou característica mais extensível favorecendo o processo de fermentação, apresentando melhora no perfil de textura dos pães. As concentrações de enzima baixa e alta (0,36 e 11,64 g/100 kg, respectivamente), não favoreceram a formação de massa. Em níveis baixos, a massa não apresentou a elasticidade suficiente para a formulação de pão de forma, devido à dificuldade de re-agregação da rede glúten causado pela presença das fibras. Em níveis altos, a massa apresentou consistência muito elástica e não suportou o processo de fermentação, deixando o gás formado escapar resultando em um miolo do pão mais firme.

Desta forma, considerando os efeitos apresentados, os ensaios selecionados para a terceira etapa do trabalho são: 1, 2, 7 e 8 com as respectivas combinações: FF + 2,0 g de enzima/100 kg de FTGI; FG + 2,0 g de enzima /100 kg de FTGI; FM + 0,36 g de enzima /100 kg de FTGI; e FM + 11,64 de enzima /100 kg de FTGI.

Pode ser destacado entre os ensaios selecionados, que a escolha de dois diferentes tamanhos de partícula para a concentração de enzima de 2 g/100 kg de FTGI, poderá auxiliar na compreensão dos efeitos da enzima na variação da superfície de contato da FTGI. Da mesma forma, a escolha da amostra FM (261,45 μm) com a variação da concentração de enzima, poderá deixar mais evidente os efeitos da utilização de altos e baixos níveis de enzima xilanase.

4.3 RELAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULA E CONCENTRAÇÃO DE ENZIMA XILANASE NA DETERMINAÇÃO DE COMPOSTOS FENÓLICOS E LIBERAÇÃO DE SULFIDRILAS LIVRES NA MASSA

4.3.1 Determinação de compostos fenólicos totais, solúveis e insolúveis

A Tabela 10 apresenta as respostas para a quantificação de compostos fenólicos solúveis e insolúveis, na FTGI e na massa elaborada com diferentes combinações de tamanho de partícula da FTGI e de concentrações de enzima xilanase.

Tabela 10 - Quantificação de compostos fenólicos solúveis, insolúveis e totais em FTGI e na massa elaborada com presença da enzima xilanase

Amostras	FTGI (Sem adição de enzima xilanase)		
	Fenólicos solúveis ($\mu\text{g GAE/g}$)	Fenólicos insolúveis ($\mu\text{g GAE/g}$)	Fenólicos totais ($\mu\text{g GAE/g}$)
FUF	959,31 ^a ±21,27	213,08 ^d ±2,63	1172,39 ^a ±20,71
FF	912,24 ^{ab} ±4,78	293,77 ^b ±2,98	1206,01 ^a ±7,57
FM	803,07 ^{bc} ±16,29	306,70 ^a ±4,68	1109,77 ^{ab} ±19,87
FG	749,72 ^{cd} ±100,53	287,61 ^b ±3,62	1037,33 ^{bc} ±103,95
FUG	673,22 ^d ±9,23	275,48 ^c ±5,52	948,69 ^c ±11,15

Ensaio	Massa elaborada (FTGI + [] enzima xilanase)		
	Fenólicos solúveis ($\mu\text{g GAE/g}$)	Fenólicos insolúveis ($\mu\text{g GAE/g}$)	Fenólicos totais ($\mu\text{g GAE/g}$)
1 (FF+2,0 g enzima/100 kg)	734,46 ^d ±8,77	273,22 ^b ±4,64	1007,69 ^d ±4,14
2 (FG+2,0 g enzima/100 kg)	844,96 ^a ±10,19	297,96 ^a ±8,47	1142,92 ^a ±18,40
7 (FM+0,36 g enzima/100 kg)	766,48 ^c ±11,20	276,97 ^b ±3,74	1043,45 ^c ±13,34
8 (FM+11,64 g enzima/100 kg)	805,17 ^b ±6,71	301,25 ^b ±2,51	1106,43 ^b ±8,65

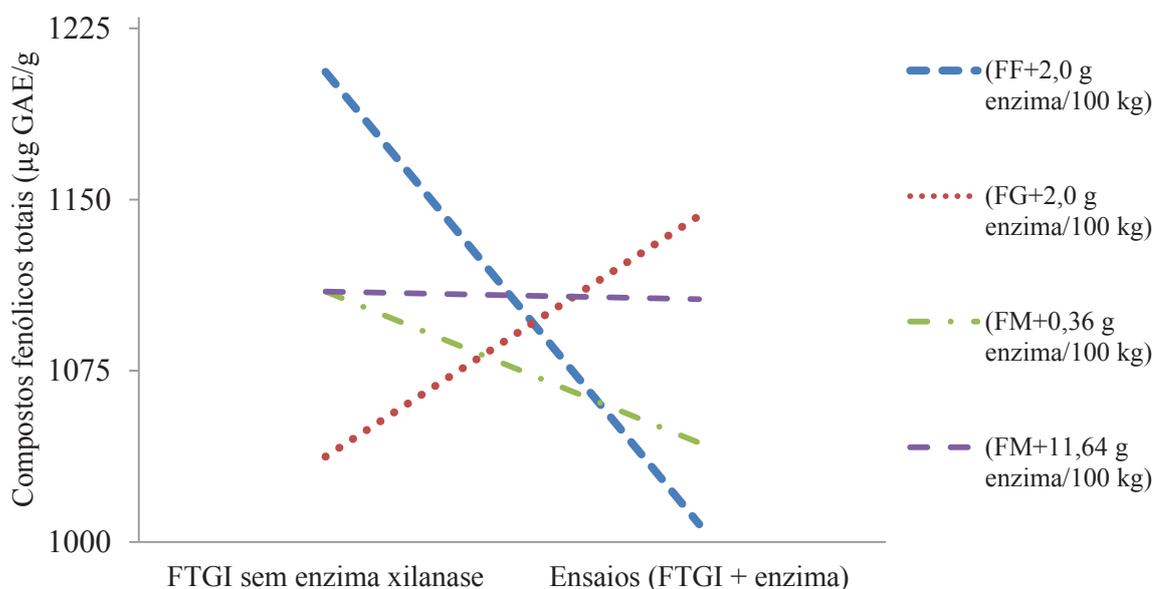
Resultados expressos como média de três determinações \pm desvio padrão. Valores seguidos de letras diferentes na mesma coluna se diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

As concentrações de compostos fenólicos solúveis nas FTGI apresentaram diferença significativa ($p < 0,05$) entre as amostras, os quais exibem diferença aproximada de 30% entre FUG e FUF. As variações no tamanho de partícula influenciaram no conteúdo de fenólicos totais solúveis, devido ao aumento da fragmentação dos componentes da FTGI durante a moagem e maior exposição das superfícies periféricas do grão. Já o conteúdo de compostos fenólicos insolúveis apresentou valores menores comparados aos solúveis.

Os compostos fenólicos insolúveis representam 80 - 95% do total nos cereais como o trigo (HEMERY et al., 2007). Os valores consideravelmente baixos para os compostos fenólicos insolúveis em comparação com os solúveis podem ser relacionados com a complexidade de extração a partir do material seco, no qual as amostras são submetidas a hidrólises ácidas e alcalinas para a degradação do material orgânico e posterior extração com solventes orgânicos. Este processo pode gerar perdas acentuadas nos compostos fenólicos, pois são suscetíveis a degradação por exposição a luz, temperaturas altas e processos de oxidação espontâneos em contato com o ar (WANG; HE; CHEN, 2014).

Os resultados mostraram que a redução do tamanho de partícula foi favorável para a exposição e extração dos compostos fenólicos quando levamos em consideração o conteúdo de fenólicos totais. A redução de aproximadamente 291 μm no tamanho de partícula (FUG para FUF) representou aumento de 223,7 μg GAE por grama de FTGI, confirmando a maior exposição dos compostos com a diminuição do tamanho de partícula (Figura 29). Bressiani (2016) e BREWER et al. (2014) relataram alterações na quantificação de compostos fenólicos, em que a diminuição do tamanho de partícula da FTGI favoreceu a extração dos compostos para a quantificação.

Figura 29 - Quantificação de compostos fenólicos totais em FTGI e na massa com presença da enzima xilanase



Resultados expressos como média de três determinações. FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

Os valores de compostos fenólicos encontrados na massa apresentaram tendência similar a FTGI, em que os maiores valores foram encontrados para compostos fenólicos solúveis. Pode ser destacado que o tamanho de partícula teve pouco efeito sobre o conteúdo dos compostos fenólicos na massa, enquanto que a concentração da enzima teve efeito, como observado na Figura 29, a adição de enzima xilanase reduziu os valores de compostos fenólicos totais na massa exceto para a combinação de FM com adição de 0,2g /100 kg.

Ao confrontar os ensaios 7 e 8, que tiveram apenas concentrações de enzimas diferentes, a maior dosagem de enzima possibilitou maior extração e determinação de compostos livres na massa elaborada com FTGI. Entretanto a FM sem adição de enzima apresentou valor próximo ao ensaio 8 com a presença de 11,64 g de enzima/ 100 kg de FTGI.

Os efeitos dos compostos fenólicos levantados nas propriedades de massa podem ser relacionados e confirmados a partir destas determinações. Os tamanhos de partículas das amostras de FUF (115,52 μm) e FF (158,24 μm) ocasionaram perdas consideráveis na qualidade da massa elaborada quando comparados com a amostra FM (261,46 μm). Além da presença física das fibras, o menor tamanho de partícula permitiu maiores interações químicas entre os compostos fenólicos e a rede de glúten, causando a redução da estabilidade e aumento na extensibilidade da massa. Reações de redução nas ligações dissulfeto (S-S) das proteínas podem ter ocorrido enfraquecendo a rede proteica, pois os compostos fenólicos podem promover interações químicas com as proteínas do glúten (NOORT et al., 2010). Para a amostra FG com presença de enzima o valor de compostos fenólicos foi maior que a FM. Isso auxiliou para que as FTGI com tamanhos de partículas grossas perdessem qualidade tecnológica.

Os efeitos apontados sobre a rede de glúten modificaram as características do produto elaborado, em que o volume dos pães foi o mais prejudicado nas concentrações de 0,36 e 11,64 g de enzima/100 kg correspondendo com a determinação de compostos fenólicos na presença de elevados níveis de enzima xilanase.

4.3.2 Determinação dos grupos sulfidrilas livres

Para a melhor compreensão dos efeitos da variação do tamanho de partícula da FTGI e a aplicação de concentrações da enzima xilanase foi realizada a quantificação dos grupos sulfidrilas livres. A Tabela 11 apresenta os valores das determinações de sulfidrilas livres (-SH) nas frações de glúten úmido com e sem a presença de enzima xilanase ao longo do tempo de 135 min de incubação.

Tabela 11 - Determinação de agrupamento sulfidrila livres em glúten de FTGI com e sem adição de enzima xilanase

Amostras	Sulfidrila livres na FTGI ($\mu\text{mol/g}$)		
	(Sem adição de enzima xilanase)		
	Tempo 45 min	90 min	135 min
FUF	0,399 ^{aC} \pm 0,004	0,461 ^{bB} \pm 0,004	0,492 ^{cA} \pm 0,005
FF	0,397 ^{aB} \pm 0,015	0,376 ^{dB} \pm 0,008	0,459 ^{dA} \pm 0,007
FM	0,383 ^{aC} \pm 0,004	0,520 ^{aB} \pm 0,007	0,566 ^{aA} \pm 0,015
FG	0,382 ^{aC} \pm 0,001	0,461 ^{bB} \pm 0,008	0,559 ^{aA} \pm 0,002
FUG	0,349 ^{bC} \pm 0,003	0,422 ^{cB} \pm 0,003	0,514 ^{bA} \pm 0,002

Ensaio	Sulfidrila livres na FTGI ($\mu\text{mol/g}$)		
	(com adição de enzima xilanase)		
	Tempo 45 min	90 min	135 min
1 (FF+2,0 g enzima/100 kg)	0,386 ^{cC} \pm 0,007	0,434 ^{dB} \pm 0,007	0,518 ^{cA} \pm 0,023
2 (FG+2,0 g enzima/100 kg)	0,461 ^{bB} \pm 0,004	0,495 ^{cA} \pm 0,008	0,482 ^{cA} \pm 0,013
7 (FM+0,36 g enzima/100 kg)	0,465 ^{bC} \pm 0,003	0,597 ^{aB} \pm 0,009	0,765 ^{aA} \pm 0,021
8 (FM+11,64 g enzima/100 kg)	0,522 ^{aB} \pm 0,002	0,537 ^{bB} \pm 0,009	0,639 ^{bA} \pm 0,010

Resultados expressos como média de três determinações \pm desvio padrão. Valores médios seguido de letras diferentes minúsculas na mesma coluna representam as diferenças entre os tratamentos e letras maiúsculas diferentes na mesma linha representam as diferenças entre os tempos de incubação em cada tratamento teste de Tukey ($p < 0,05$). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

O conteúdo de $-\text{SH}$ entre as amostras de glúten da FTGI não apresentou diferença significativa ($p < 0,05$) no tempo de 45 min de incubação exceto para FUG. Para os tempos de incubação de 90 e 135 min, os valores para as amostras de glúten sem adição de enzima xilanase não apresentaram nenhuma tendência, quando os tempos foram analisados de forma isolada. Entretanto, os valores apresentaram crescimento linear com o passar do tempo de incubação variando entre 0,349 à 0,566 $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}$, em que ocorre a degradação da rede glúten com o passar do tempo. Tendência semelhante foi observada por Mosharraf; Kadivar; Shahedi (2009) e Pérez et al. (2005).

Os compostos fenólicos tem grande influência sobre as proteínas na liberação de grupos $-\text{SH}$ livres (ROHN, 2014) que impactam na estrutura e nas propriedades reológicas da massa. Noort et al. (2010) já mencionava que o aumento na superfície de contato pode promover maiores interações químicas entre os compostos reativos presentes nas fibras com as proteínas do glúten. A principal interferência dos compostos fenólicos ocorreu nos primeiros 45 min de incubação, em que pode ser observado que os tamanhos de partículas menores da FTGI apresentaram maiores concentrações de grupos sulfidrila livres. Isso sugere que em tamanhos de partículas menores as reações de redução aconteceram mais intensamente e em menor tempo. Outro fator que pode ter contribuído foi a permanência de

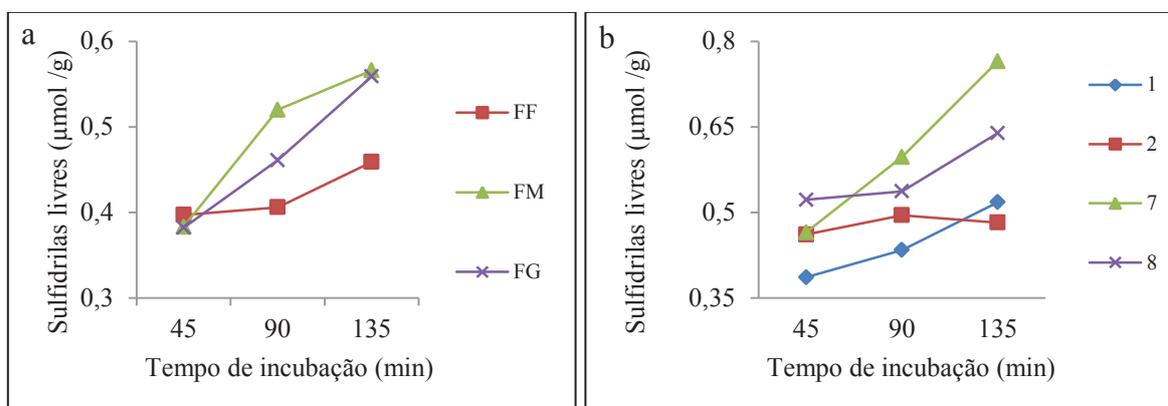
fibras na fração de glúten nas amostras FUF e FF, dificultando a agregação das proteínas formadoras de glúten. Segundo Rakita et al. (2014) a medida que ocorre o aumento da liberação de agrupamentos –SH no meio, a qualidade da rede proteica é prejudicada alterando as características da massa.

Alguns mecanismos podem ser propostos para a formação de grupos de –SH livres a partir da interação da rede de glúten com os compostos fenólicos. Wang et al. (2002) propôs que os componentes das fibras interferem na formação de glúten, tanto de forma direta e de forma indireta. Os arabinoxilanos presentes nas fibras interfeririam indiretamente competindo pela água e assim mudando as condições para o desenvolvimento do glúten, levando a liberação de –SH livres com rendimento mais baixo e glúten com aumento da resistência à extensão. Estes efeitos estão coerentes com os observados neste estudo para absorção de água e resistência à extensão, sendo que os tamanhos de partículas menores não foram favoráveis para a formação de massa. Labat et al. (2001) sugeriram ainda, um efeito indireto das fibras que seria causado pela capacidade de formar rede de glúten que limita o movimento das proteínas gluteninas e a formação de agregados maiores, levando maior liberação de –SH livres.

Os valores para a liberação de agrupamentos –SH livres nas amostras com a adição de enzima xilanase apresentaram diferença significativas ($p < 0,05$) em cada tempo de incubação quando analisados separadamente. O maior valor apresentado para o tempo de incubação de 45 min foi para ensaio 8 com liberação de $0,522 \mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}$ de –SH livres. Para os tempos de 90 e 135 min o maior valor foi apresentado para os ensaios 7 com liberação de $0,597 \mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}$ e $0,765 \mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}$, respectivamente. Entre os valores de liberação de –SH livres não foram observadas tendências para as variáveis estudadas.

As amostras sem a presença de enzima xilanase apresentaram liberação menor de grupos –SH livres em comparação com as amostras com adição de enzima (Figura 30 a e b). Como observado também na determinação de compostos fenólicos, a enzima exerce fortes efeitos sobre a matriz da FTGI, causando a redução das ligações S-S. Estes resultados estão de acordo com os efeitos apresentados no estudo das propriedades de massa, nos quais as concentrações de enzima xilanase alta (11,64 g/100 kg) e baixa (0,36 g/100 kg) não favoreceram a qualidade da massa, apresentando menor estabilidade e resistência à extensão e maior extensibilidade, evidenciando uma rede de glúten mais fraca.

Figura 30 - Determinação de agrupamento sulfidrila livre em glúten de FTGI com e sem adição de enzima xilanase

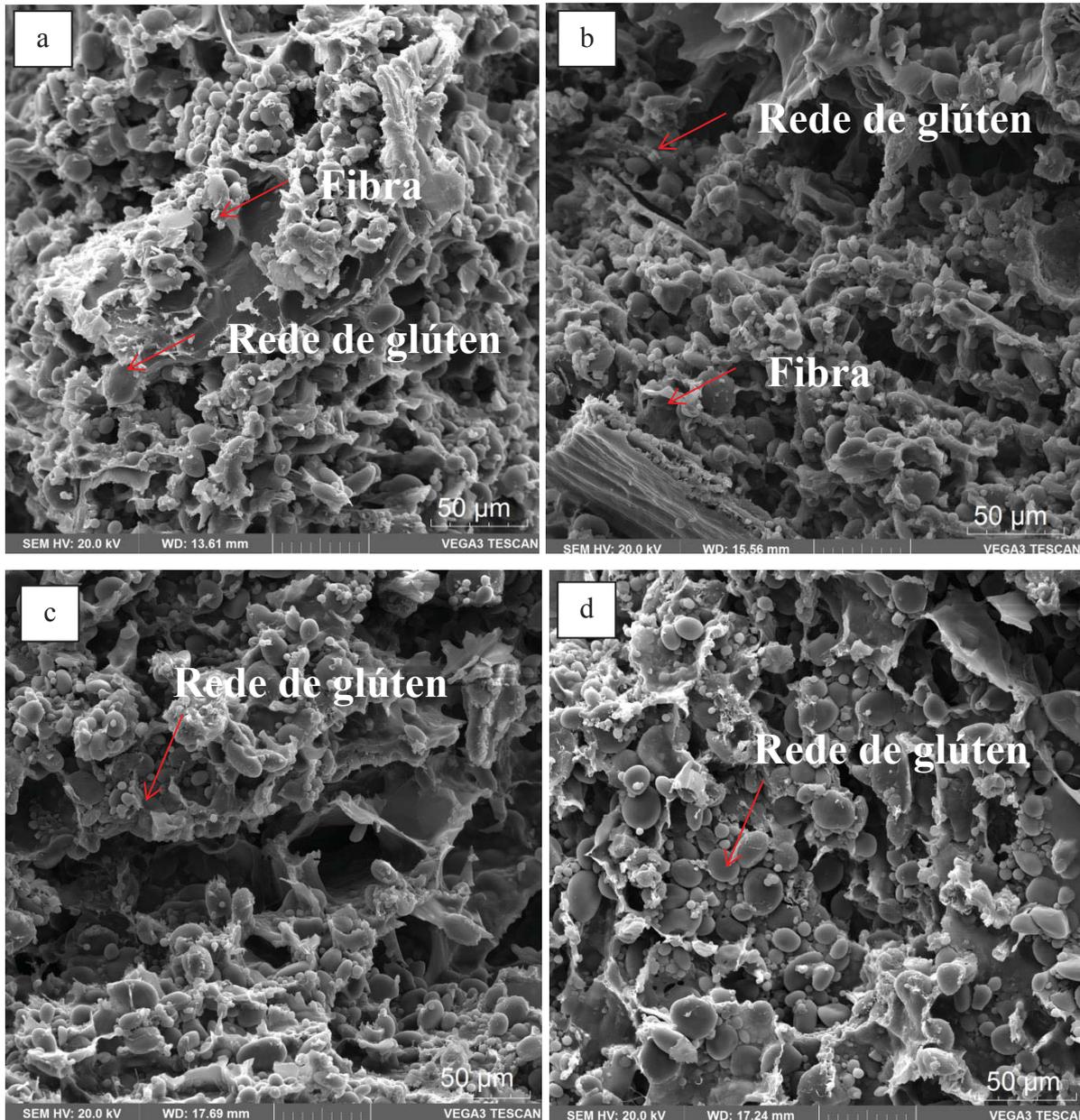


30 a – Determinação de agrupamento sulfidrila livre em glúten de FTGI sem enzima xilanase. 30 b - Determinação de agrupamento sulfidrila livre em glúten de FTGI com enzima xilanase. Resultados expressos como média de três determinações. Ensaio 1: FGIF + 2,0 g de enzima xilanase por 100 Kg de FTGI. Ensaio 2: FGIG + 2,0 g de enzima xilanase por 100 Kg de FTGI. Ensaio 7: FGIM + 0,36 g de enzima xilanase por 100 Kg de FTGI. Ensaio 8: FGIM + 11,64 de enzima xilanase por 100 Kg de FTGI. FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

A enzima xilanase tem por característica atuar sobre os arabinosilanos. Wang et al. (2004) propuseram que efeitos físicos e químicos estão envolvidos na formação de glúten. O efeito físico está relacionado com a viscosidade dos arabinosilanos após a hidrólise causada pela enzima xilanase e, provavelmente, também com as formas de ligação com a proteína glutenina. Estas ligações estão relacionadas com a proporção em tamanho dos arabinosilanos e os macropolímeros de glutenina, resultando em uma rede de glúten com características melhores. Já o efeito químico relaciona-se com as ligações mediadas pelo ácido ferúlico ligado ao arabinosilano. Estas ligações podem ou não favorecer a qualidade da rede de glúten formada. Quando ocorre a interação do ácido ferúlico solúvel com a rede de glúten a tendência é ocorrer a quebra das ligações S-S na rede. Em contrapartida a melhora da rede de glúten pode ser evidenciada quando resíduos de ácido ferúlico ligados a cadeias de arabinosilanos de baixo peso molecular interagem entre si formando compostos diferulícos. Este último fenômeno pode justificar os melhores valores para as propriedades de massa, volume e perfil de textura dos pães para as combinações da amostra FM com a concentração de 6,0 g de enzima/100 kg.

As micrografias representadas na Figura 31 (a-d) ilustraram alguns dos efeitos observados durante a formação de massa.

Figura 31 - Microestruturas das massas preparadas com a combinação de tamanhos de partículas da FTGI e concentrações de enzima xilanase



a: Micrografia da massa ensaio 1 (FF + 2,0 g de enzima/100 kg de FTGI). b: Micrografia da massa ensaio 2 (FG + 2,0 g de enzima/100 kg de FTGI). c: Micrografia ensaio 7 (FM + 0,36 g de enzima/100 kg de FTGI). d: Micrografia da massa ensaio 8 (FM + 11,64 de enzima/100 kg de FTGI). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro.

Como observado na Figura 31, a FTGI apresenta um sistema complexo formado, com a presença mais evidente da rede de glúten com grânulos de amido incorporados e a presença do farelo de trigo. Entre as micrografias podemos destacar a Figura 31 a e b, onde estão ilustradas as matrizes das massas com tamanhos de partículas diferentes ($a=158,24 \mu\text{m}$ e $b=364,31 \mu\text{m}$) e mesma concentração de enzima (2,0 g/100 kg). Na figura 31- a percebeu-se uma matriz proteica mais fragilizada, com elevada fragmentação caracterizada pela presença

de poros na rede de glúten. Estas evidências vão ao encontro do que já foi discutido nas propriedades de formação de massa, em que os tamanhos de partícula menores são apontados por causar mais interferências na massa elaborada com FTGI. Já a figura b (31-b) apresentou uma rede de glúten menos perturbada e mais coesa. A relação entre estes dois tamanhos de partícula (FF e FG) demonstra que reduzir muito o tamanho de partícula não é favorável para a formação de massa.

O tamanho de partícula FM (nível central com 261,45 μm) apresentou as melhores características nas propriedades de massa e isso pode ser observado nas figuras 31 c e d. A última ilustração (31-d) mostra a melhor coesão entre os componentes da massa. O ensaio 8 (Figura 31-d) apresenta uma estrutura de massa mais fechada em relação aos outros ensaios, com a matriz proteica e fração amilácea apresentando maior adesão cobrindo de forma mais efetiva o farelo. A melhor formação de massa para a amostra FM pode ser observada nas características do pão elaborado. A melhor interação entre os componentes da matriz da FM com concentrações de enzima de 0,6 g/100 kg resultou em pães com elevado volume específico e formação alveolar uniforme, característica esta de pães com qualidade elevada.

Os resultados de sulfidrilas livres e microestrutura da massa apresentaram diferentes formas e intensidade nas interações para formação da rede de glúten, que perpassaram os efeitos físicos, indicando efeitos físico-químicos que influenciaram na quantidade e qualidade da rede formada. A formação de massa variou quando foram utilizados diferentes tamanhos de partícula da FTGI e concentrações de enzima xilanase.

5 CONCLUSÃO

Os resultados da caracterização físico-química das amostras de FTGI micronizada indicaram que a moagem industrial mostrou-se eficiente mantendo as características de qualidade com a variação do tamanho de partícula. As primeiras alterações causadas pelos componentes da FTGI foram percebidas nas análises de propriedades de pasta e determinação de glúten, causando a diluição mais acentuada da rede de glúten pela presença das fibras nos tamanhos de partículas menores.

No estudo das propriedades de massa, os tamanhos de partículas maiores de menores apresentam perdas de qualidade de massa, sendo que se refletiram na qualidade tecnológica da farinha na elaboração de pães de forma. Pode-se afirmar que as alterações na massa foram regradas de forma mais intensa pelas fibras e seus componentes, causando efeitos de interferências químicas nos tamanhos de partículas pequenos, pela exposição maior das hidroxilas e compostos fenólicos, e ainda efeitos físicos pela presença física do farelo nos tamanhos de partículas grandes. Pode-se indicar que a FM (261,46 μm) teve menor interferência dos seus componentes para elaboração de pães e foi a amostra que formou uma massa mais adequada para elaboração de produtos com alta estabilidade e elasticidade.

Nas concentrações de enzimas utilizadas, os efeitos na formação de massa foram discretos e sofreram influência pela variação do tamanho de partícula. Não foi possível apontar claramente quais são os efeitos que controlam a atuação da enzima na presença de diferentes tamanhos de partículas, mas a concentração ideal em combinação com o tamanho de partícula da FM foi 6,0g de enzima/100 kg de amostra. Outras alterações à nível de ligações químicas poderiam ser sugeridas, mas se fazem necessárias investigações mais profundas acerca de alterações estruturais da rede de glúten, causadas pela presença da enzima xilanase, de fibras e de compostos das camadas externas do grão.

O estudo de formação de massa utilizando FTGI em combinação com enzima xilanase fomenta novas pesquisas para a compreensão dos mecanismos que regem as interações de formação de massa com a utilização de FTGI em diferentes tamanhos de partícula e aplicação de enzima xilanase. Este trabalho apresentou ainda, uma alternativa para a melhora das características tecnológicas da FTGI para a elaboração de produtos. Sua contribuição se deu através do entendimento de alguns efeitos na formação de massa, os quais facilitarão a elaboração de alimentos a partir de FTGI do ramo cerealista.

REFERÊNCIAS

- AACC - AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS. **Approved Methods of Analysis**, 11^a.ed., 2010. AACC International, St. Paul, MN, U.S.A.
- AACC International. **Definition of whole grain**. Disponível em: <<http://www.aaccnet.org/news/pdfs/wgPR.pdf>, 1999>. Acesso em: 14 de agosto de 2015.
- AACC International. **Definition of whole grain**. Disponível em:<http://www.aaccnet.org/news/pdfs/wgPR.pdf>, 2008, Acesso em: 03 jun. 2014.
- ABEBE, W; COLLAR, C; RONDA, F. Impact of variety type and particle size distribution on starch enzymatic hydrolysis and functional properties of tef flours. **Carbohydrate polymers**, v. 115, p. 260-268, 2015.
- AQUARONE, E.; BORZANI, W.; NETTO, W. S.; DE ALMEIDA LIMA, U. **Biotecnologia industrial: biotecnologia na produção de alimentos**. Edgard Blucher, 2001.
- AHMED, J.; ALMUSALLAM, A. S.; AL-SALMAN, F.; ABDULRAHMAN, M. H.; AL-SALEM, E. Rheological properties of water insoluble date fiber incorporated wheat flour dough. **LWT- Technology**, v. 51, n. 2, p. 409-416, 2013. **Food Science and**
- AOAC International. **Official Methods of Analytical of AOAC**. 19th, v. 2, 2012.
- APPRICH, S.; TIRPANALAN, Ö.; HELL, J.; REISINGER, M.; BÖHMDORFER, S.; SIEBENHANDL-EHN, S.; KNEIFEL, W. Wheat bran-based biorefinery 2: Valorization of products. **LWT-Food Science and Technology**, v. 56, n. 2, p. 222-231, 2014.
- ATWELL, W. A. **Wheat flour**. Saint Paul: Eagan Press, p. 134. 2001.
- AWIKA, J. Effect of bioactive components on dough rheology, baking and extrusion. **Fruit and cereal bioactives: Sources, chemistry, and applications**, CRC Press, New York, p. 337-343, 2011.
- AUTIO, K. Effects of cell wall components on the functionality of wheat gluten. **Biotechnology Advances**, v. 24, p. 633–635, 2006.
- BAE, W.; LEE, S. H.; YOO, S.; LEE, S. Utilization of a Maltotetraose-Producing Amylase as a Whole Wheat Bread Improver: Dough Rheology and Baking Performance. **Journal of food science**, v. 79, n. 8, p. E1535-E1540, 2014.
- BAE, W.; LEE, B.; HOU, G. G.; LEE, S. Physicochemical characterization of whole-grain wheat flour in a frozen dough system for bake off technology. **Journal of Cereal Science**, v. 60, n. 3, p. 520-525, 2014.
- BARRON, C.; SURGET, A.; ROUAU, X. Relative amounts of tissues in mature wheat (*Triticum aestivum* L.) grain and their carbohydrate and phenolic acid composition. **Journal of Cereal Science**, v. 45, n. 1, p. 88-96, 2007.
- BARROS NETO, B.; SCARMINIO, I. S.; BRUNS, R. E. **Planejamento e otimização de experimentos**. Editora da UNICAMP, 2003.

BELOBRAJDIC, D. P.; BIRD, A. R. The potential role of phytochemicals in wholegrain cereals for the prevention of type-2 diabetes. **Nutrition Journal**, v. 12, p. 62, 2013.

BETORET, E.; BETORET, N.; VIDAL, D.; FITO, P. Functional foods development: trends and technologies. **Trends in Food Science & Technology**, v. 22, n. 9, p. 498-508, 2011.

BJÖRCK, I. et al. Cereal grains for nutrition and health benefits: Overview of results from in vitro, animal and human studies in the HEALTHGRAIN project. **Trends in Food Science & Technology**, v. 25, p. 87–100, 2012.

BLIGH, E. G; DYER, W. J. A rapid method of total lipid extraction and purification. **Canadian journal of biochemistry and physiology**, v. 37, n. 8, p. 911-917, 1959.

BLOKSMA, A. H.; BUSHUK, W. Rheology and Chemistry of Dough (In Y. Pomeranz (Ed.). *Wheat Chemistry and Technology* (vol. II, pp. 131-217). St. Paul, Minnesota, USA: American Association of Cereal Chemists, 1988.

BOITA, Elis RF et al. Rheological properties of wheat flour dough and pan bread with wheat bran. **Journal of Cereal Science**, v. 71, p. 177-182, 2016.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Resolução Normativa n. 8, de 02 de junho de 2005. Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade da Farinha de Trigo. **Diário Oficial da União**, Brasília/DF, 3 jun. 2005.

BRASIL. resolução da diretoria colegiada – RDC nº 54, de 07 de outubro de 2014. Publicada no Diário Oficial da União nº 194 - Brasília-DF, quarta-feira, 08 de outubro de 2014.

BRESSIANI, J. **Qualidade da farinha de trigo de grão inteiro em resposta a influência de diferentes tamanhos de partículas** Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de alimentos), Universidade de Passo Fundo, Passo Fundo/RS, 2016.

BREWER, L. R.; KUBOLA, J.; SIRIAMORNPNUN, S.; HERALD, T. J.; SHI, Y. C. Wheat bran particle size influence on phytochemical extractability and antioxidant properties. **Food chemistry**, v. 152, p. 483-490, 2014.

CAI, L.; CHOI, I.; HYUN, J. N.; JEONG, Y. K.; BAIK, B. K. Influence of bran particle size on bread-baking quality of whole grain wheat flour and starch retrogradation. **Cereal Chemistry**, v. 91, n. 1, p. 65-71, 2014.

CHAU, C.F.; WANG, Y.T.; WEN, Y.L. Different micronization methods significantly improve the functionality of carrot insoluble fibre. **Food Chemistry**, 100, 1402–1408, 2007.

CODINĂ, G. G.; LEAHU, A. The improvement of the quality of wheat flour with a lower content of α -amylase through the addition of different enzymatic products. **Lucrări Științifice-Universitatea de Științe Agricole și Medicină Veterinară Iași, seria Agronomie**, v. 52, p. 629-635, 2009.

COURTIN, C. M.; DELCOUR, J. A. Arabinoxylans and endoxylanases in wheat flour bread-making. **Journal of cereal science**, v. 35, n. 3, p. 225-243, 2002.

COURTIN, C. M.; GELDERS, G. G.; DELCOUR, J. A. Use of two endoxylanases with different substrate selectivity for understanding arabinoxylan functionality in wheat flour breadmaking. **Journal of Cereal Chemistry**, v. 78, p. 564-571, 2001.

CUBADDAA, F.; AURELIA, F.; RAGGIA, M. C. Effect of milling, pasta making and cooking on minerals in durum wheat. *Journal of Cereal Science*, v. 49, n. 1, p. 92-97, 2009.

DORNEZ, E.; KURT, G.; DELCOUR, J.A.; COURTIN, C.M. Grain-associated xylanases: occurrence, variability, and implications for cereal processing. **Trends in food science & technology**, v. 20, n. 11, p. 495-510, 2009.

EVERS, A. D.; BECHTEL, D. B.; POMERANZ, Y. Microscopic structure of the wheat grain. **Wheat: chemistry and technology**. Volume I, n. Ed. 3, p. 47-95, 1988.

FARDET, A. New hypotheses for the health-protective mechanisms of whole-grain cereals: what is beyond fibre?. **Nutrition Research Reviews**, v. 23, p.65-134. 2010.

FAUSCH, H.; KÜNDIG, W.; NEUKOM, H. Ferulic acid as a component of a glycoprotein from wheat flour. **Nature**, 199, p. 287, 1963.

FROLICH, W.; AMAN, P.; TETENS, I. Whole grain foods and health—a Scandinavian perspective. *Food & nutrition research*, v. 57, 2013.

GERMANI, R. **Características dos grãos e farinhas de trigo e avaliações de suas qualidades**. Rio de Janeiro: EMBRAPA, CTAA, p. 121, 2008.

GERRARD, J. A. Protein–protein crosslinking in food: methods, consequences, applications. **Trends in food science & technology**, v. 13, n. 12, p. 391-399, 2002.

GHOSHAL, G.; SHIVHARE, U. S.; BANERJEE, U. C. Thermo-mechanical and Micro-structural Properties of Xylanase Containing Whole Wheat Bread. **Food Science and Human Wellness**, 2016.

GOESAERT, H.; BRIJS, K.; VERAVERBEKE, W. S.; COURTIN, C. M.; GEBRUERS, K.; DELCOUR, J. A. Wheat flour constituents: how they impact bread quality, and how to impact their functionality. **Trends in Food Science & Technology**, v.16, p 12-30, 2005.

GOESAERT, H.; BRIJS, K.; VERAVERBEKE, W. S.; COURTIN, C. M.; GEBRUERS, K.; DELCOUR, J. A. Variation in the content of dietary fiber and components thereof in wheats in the healthgrain diversity screen. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 56, p. 9740-9749, 2008.

HEMDANE, S.; LEYS, S.; JACOBS, P. J.; DORNEZ, E.; DELCOUR, J. A.; COURTIN, C. M. Wheat milling by-products and their impact on bread making. **Food chemistry**, v. 187, p. 280-289, 2015.

HEMERY, Y.; ROUAU, X.; LULLIEN-PELLERIN, V.; BARRON, C.; ABECASSIS, J. Dry processes to develop wheat fractions and products with enhanced nutritional quality. **Journal of Cereal Science**, v. 46, n. 3, p. 327-347, 2007.

HENRY, R. J. A comparison of the non-starch carbohydrates in cereal grains. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 36, n. 12, p. 1243-1253, 1985.

HONGSPRABHAS, Parichat; ISRAKARN, Kamolwan; RATTANAWATTANAPRAKIT, Chantana. Architectural changes of heated mungbean, rice and cassava starch granules: Effects of hydrocolloids and protein-containing envelope. **Carbohydrate Polymers**, v. 67, n. 4, p. 614-622, 2007.

JONES, J. M.; ADAMS, J.; HARRIMAN, C.; MILLER, C.; VAN DER KAMP, J. W. Nutritional Impacts of Different Whole Grain Milling Techniques: A Review of Milling Practices and Existing Data. **Cereal Foods World**, v. 60, n. 3, p. 130-139, 2015.

LABAT, E.; MOREL, M. H.; ROUAU, X. Effect of laccase and manganese peroxidase on wheat gluten and pentosans during mixing. **Food Hydrocolloids**, v. 15, n. 1, p. 47-52, 2001.

KOMLENIĆ, D. K.; UGARČIĆ-HARDI, Ž.; JUKIĆ, M.; PLANINIĆ, M.; BUCIĆ-KOJIĆ, A.; STRELEC, I. Wheat dough rheology and bread quality effected by *Lactobacillus brevis* preferment, dry sourdough and lactic acid addition. **International journal of food science & technology**, v. 45, n. 7, p. 1417-1425, 2010.

KIEFFER, R.; WIESER, H.; HENDERSON, M. H.; GRAVELAND, A. Correlations of the breadmaking performance of wheat flour with rheological measurements on a micro-scale. **Journal of Cereal Science**, v. 27, n. 1, p. 53-60, 1998.

KIM, B. K.; CHO, A. R.; CHUN, Y. G.; PARK, D. J. Effect of microparticulated wheat bran on the physical properties of bread. **International journal of food sciences and nutrition**, v. 64, n. 1, p. 122-129, 2013.

KTENIOUDAKI, A.; BUTLER, F.; GALLAGHER, E. Rheological properties and baking quality of wheat varieties from various geographical regions. **Journal of cereal science**, v. 51, n. 3, p. 402-408, 2010.

LE BESI, D. M.; TZIA, C. Use of endoxylanase treated cereal brans for development of dietary fiber enriched cakes. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 13, p. 207-214, 2012.

LE BLEIS, F.; CHAUNIER, L.; CHIRON, H.; DELLA VALLE, G.; SAULNIER, L. Rheological properties of wheat flour dough and French bread enriched with wheat bran. **Journal of Cereal Science**, v. 65, p. 167-174, 2015.

LI, J.; KANG, J.; WANG, L.; LI, Z.; WANG, R.; CHEN, Z. X.; HOU, G. G. Effect of water migration between arabinoxylans and gluten on baking quality of whole wheat bread detected by magnetic resonance imaging (MRI). **Journal of agricultural and food chemistry**, v. 60, n. 26, p. 6507-6514, 2012.

LI, E.; DHITAL, S.; HASJIM, J. Effects of grain milling on starch structures and flour/starch properties. **Starch-Stärke**, v. 66, n. 1-2, p. 15-27, 2014.

LIU, C. M.; LIANG, R. H.; DAI, T. T.; YE, J. P.; ZENG, Z. C.; LUO, S. J.; CHEN, J. Effect of dynamic high pressure microfluidization modified insoluble dietary fiber on gelatinization and rheology of rice starch. **Food Hydrocolloids**, v. 57, p. 55-61, 2016.

LIU, C.; LIU, L.; LI, L.; HAO, C.; ZHENG, X.; BIAN, K.; Zhang, J.; Wang, X. Effects of different milling processes on whole wheat flour quality and performance in steamed bread making. **LWT-Food Science and Technology**, v. 62, n. 1, p. 310-318, 2015.

LIU, R. H. Whole grain phytochemicals and health. **Journal of Cereal Science**, v. 46, p.207-219. 2007.

LIU, R. H. Potential Synergy of Phytochemicals in Cancer Prevention: Mechanism of Action. **Journal of Nutrition**, v.134, nº. 12, p. 3479-3485, 2004.

MANN, J. I.; CUMMINGS, J. H. Possible implications for health of the different definitions of dietary fibre. **Nutrition, Metabolism and Cardiovascular Diseases**, v.19, p. 226–229, 2009.

MATEO ANSON, N.; VAN DEN BERG, R.; HAVENAAR, R.; BAST, A.; RMM HAENEN, G. Ferulic acid from aleurone determines the antioxidant potency of wheat grain (*Triticum aestivum* L.). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 56, n. 14, p. 5589-5594, 2008.

MELLADO, M. Z. **El trigo en Chile**. INIA nº 121. 684 p. Instituto de investigaciones agropecuarias. Chillá, Chile, 2006.

MENDIS, M.; SIMSEK, S. Production of structurally diverse wheat arabinoxylan hydrolyzates using combinations of xylanase and arabinofuranosidase. **Carbohydrate polymers**, v. 132, p. 452-459, 2015.

MIŚ, Antoni et al. Use of farinograph measurements for predicting extensograph traits of bread dough enriched with carob fibre and oat wholemeal. **Journal of Food Engineering**, v. 108, n. 1, p. 1-12, 2012.

MILLER, G. Use of dinitrosalicilic acid reagent for determination of reducing sugars. **Analytical Chemistry**, v. 31, p. 426-428, 1959.

MIN, B.; BAE, I. Y.; LEE, H. G.; YOO, S. H.; LEE, S. Utilization of pectin-enriched materials from apple pomace as a fat replacer in a model food system. **Bioresource technology**, v. 101, n. 14, p. 5414-5418, 2010.

MIRA, N. V. M. D.; BARROS, R. M. C.; SCHIOCCHET, M. A.; NOLDIN, J. A.; LANFER-MARQUEZ, U. M. Extração, análise e distribuição dos ácidos fenólicos em genótipos pigmentados e não pigmentados de arroz (*Oryza sativa* L.). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, n. 4, p. 994-1002, 2008

MOORE, J., LIU, J., ZHOU, K.; YU, L. Effects of Genotype and Environment on the Antioxidant Properties of Hard Winter Wheat Bran. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 54, p. 5313–5322, 2006.

MOSHARRAF, L.; KADIVAR, M.; SHAHEDI, M. Effect of hydrothermally treated bran on physicochemical, rheological and microstructural characteristics of Sangak bread. **Journal of cereal science**, v. 49, n. 3, p. 398-404, 2009.

NAWROCKA, A.; SZYMAŃSKA-CHARGOT, M.; MIŚ, A.; PTASZYŃSKA, A. A.; KOWALSKI, R., WAŚKO, P.; GRUSZECKI, W. I. Influence of dietary fibre on gluten

proteins structure—a study on model flour with application of FT-Raman spectroscopy. **Journal of Raman Spectroscopy**, v. 46, n. 3, p. 309-316, 2014.

NG, M.; FLEMING, T.; ROBINSON, M.; THOMSON, B.; GRAETZ, N.; MARGONO, C.; ABRAHAM, J. P. Global, regional, and national prevalence of overweight and obesity in children and adults during 1980–2013: a systematic analysis for the Global Burden of Disease Study 2013. **The Lancet**, v. 384, n. 9945, p. 766-781, 2014.

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

OKARTER, N.; LIU, R.H. Health benefits of whole grain phytochemicals. **Critical reviews in food science and nutrition**, v. 50, n. 3, p. 193-208, 2010.

OLIVER, J. R.; BLAKENEY, A. B.; ALLEN, H. M. The colour of flour streams as related to ash and pigment contents. **Journal of Cereal Science**, v.17, p.169-182, 1993.

ORO, T. **Adaptação de métodos para avaliação da qualidade tecnológica de farinha de trigo integral**. Tese (Doutorado em Ciência dos Alimentos) – Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2013.

PAËS, G.; BERRIN, J. G.; BEAUGRAND, J. GH11 xylanases: structure/function/properties relationships and applications. **Biotechnology advances**, v. 30, n. 3, p. 564-592, 2012.

PATTISON, A. L. Genetic improvement of grain quality for bread making in triticale. 2013.

PERTEN. Disponível em: <www.perten.com> Acesso em: 21 de fevereiro de 2017.

PÉREZ, G.; BONET, A.; ROSELL, C. M. Relationship between gluten degradation by *Aelia* spp and *Eurygaster* spp and protein structure. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 85, n. 7, p. 1125-1130, 2005.

POMERANZ, Y.; SHOGREN, M. D.; FINNEY, K. F.; BECHTEL, D. B. Fiber in breadmaking – Effects on functional properties. **Cereal Chemistry**, v. 54, n. 1, p. 25-41, 1977.

POSNER, E. S. **Wheat flour milling**. Wheat chemistry and technology (4th Ed.), AACC International, St Paul, MN, USA, 2009, p. 119-152.

PRIMO-MARTÍN, C.; WANG, M.; LICHTENDONK, W.J.; PLIJTER, J.J.; HAMER, R.J. An explanation for the combined effect of xylanase - glucose oxidase in dough systems. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 85, Iss 7, p. 1186- 1196, 2005.

PROTONOTARIOU, S.; MANDALA, I.; ROSELL, C. M. Jet milling effect on functionality, quality and in vitro digestibility of whole wheat flour and bread. **Food and Bioprocess Technology**, v. 8, n. 6, p. 1319-1329, 2015.

PRÜCKLER, M.; SIEBENHANDL-EHN, S.; APPRICH, S.; HÖLTINGER, S.; HAAS, C.; SCHMID, E.; KNEIFEL, W. Wheat bran-based biorefinery 1: Composition of wheat bran and strategies of functionalization. **LWT-Food Science and Technology**, v. 56, n. 2, p. 211-221, 2014.

- RAKITA, S.; POJIĆ, M.; TOMIĆ, J.; TORBICA, A. Determination of free sulphydryl groups in wheat gluten under the influence of different time and temperature of incubation: Method validation. **Food chemistry**, v. 150, p. 166-173, 2014.
- RIZZELLO, C. G.; NIONELLI, L.; CODA, R.; DE ANGELIS, M.; GOBBETTI, M. Effect of sourdough fermentation on stabilisation, and chemical and nutritional characteristics of wheat germ. **Food Chemistry**, v. 119, n. 3, p. 1079-1089, 2010.
- ROHN, S. Possibilities and limitations in the analysis of covalent interactions between phenolic compounds and proteins. **Food research international**, v. 65, p. 13-19, 2014.
- ROSA-SIBAKOV, N.; POUTANEN, K.; MICARD, V. How does wheat grain, bran and aleurone structure impact their nutritional and technological properties?. **Trends in Food Science & Technology**, v. 41, n. 2, p. 118-134, 2015.
- ROOZENDAAL, H.; ABU-HARDAN, M.; FRAZIER, R. A. Thermogravimetric analysis of water release from wheat flour and wheat bran suspensions. **Journal of Food Engineering**, v. 111, n. 4, p. 606-611, 2012.
- ROSA, N. N.; DUFOUR, C.; LULLIEN-PELLERIN, V.; MICARD, V. Exposure or release of ferulic acid from wheat aleurone: impact on its antioxidant capacity. **Food chemistry**, v. 141, n. 3, p. 2355-2362, 2013.
- ROSA, N. N.; BARRON, C.; GAIANI, C.; DUFOUR, C.; MICARD, V. Ultra-fine grinding increases the antioxidant capacity of wheat bran. **Journal of cereal science**, v. 57, n. 1, p. 84-90, 2013.
- ROSELL, C.M.; ROJAS, J.A.; BARBER, C.B. Influence of hydrocolloids on dough rheology and bread quality. **Food Hydrocolloids**, v.15, n.1, p.75-81, Jan. 2001.
- RU SUN; ZHANG, Z.; HU, X.; XING, Q.; ZHUO, W. Effect of wheat germ flour addition on wheat flour, dough and Chinese steamed bread properties. **Journal of Cereal Science**, v. 64, p. 153-158, 2015.
- SAMAN, P.; VÁZQUEZ, J. A.; PANDIELLA, S. S. Controlled germination to enhance the functional properties of rice. **Process Biochemistry**, v. 43, n. 12, p. 1377-1382, 2008.
- SANG, S.; ZHU, Y. Chapter 10 – Bioactive Phytochemicals in Wheat Bran for Colon Cancer Prevention. p. 121–129, 2014.
- SINGH, S; SINGH, N; MACRITCHIE, F. Relationship of polymeric proteins with pasting, gel dynamic-and dough empirical-rheology in different Indian wheat varieties. **Food Hydrocolloids**, v. 25, n. 1, p. 19-24, 2011.
- SINGLETON, V. L.; ORTHOFER, R.; LAMUELA-RAVENTOS, R. M. Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu Reagent. **Methods in Enzymology**, v. 299, 152-178, 1999.
- SIVAM, A. S.; SUN-WATERHOUSE, D.; PERERA, C. O.; WATERHOUSE, G. I. N. Application of FT-IR and Raman spectroscopy for the study of biopolymers in breads fortified with fibre and polyphenols. **Food Research International**, v. 50, n. 2, p. 574-585, 2013.

SIVAM, A. S.; SUN-WATERHOUSE, D.; PERERA, C. O.; WATERHOUSE, G. I. N. Exploring the interactions between blackcurrant polyphenols, pectin and wheat biopolymers in model breads; a FTIR and HPLC investigation. **Food Chemistry**, v.131(3), p. 802-810, 2012.

STEFFOLANI, M. E.; RIBOTTA, P. D.; PÉREZ, G. T.; LEÓN, A. E. Effect of glucose oxidase, transglutaminase, and pentosanase on wheat proteins: Relationship with dough properties and bread-making quality. **Journal of cereal science**, v. 51, n. 3, p. 366-373, 2010.

STRUYF, N.; VERSPREET, J.; COURTIN, C. M. The effect of amylolytic activity and substrate availability on sugar release in non-yeasted dough. **Journal of Cereal Science**, v. 69, p. 111-118, 2016.

SULLIVAN, P.; O'FLAHERTY, J.; BRUNTON, N.; ARENDT, E.; GALLAGHER, E. Fundamental rheological and textural properties of doughs and breads produced from milled pearled barley flour. **European Food Research and Technology**, v. 231, n. 3, p. 441-453, 2010.

SURGET, A.; BARRON, C. Histologie du grain de blé. **Industries des céréales**, n. 145, p. 3-7, 2005.

VERAVERBEKE, W.S.; DELCOUR, J.A. Application Wheat protein composition and properties of wheat glutenin in relation to breadmaking functionality. **Reviews in Food Science and Nutrition**, v.42, n.3, p.179-208, 2002.

WANG, T.; HE, F.; CHEN, G. Improving bioaccessibility and bioavailability of phenolic compounds in cereal grains through processing technologies: A concise review. **Journal of Functional Foods**, v. 7, p. 101-111, 2014.

WANG, J.; ZHAO, M.; ZHAO, Q. Correlation of glutenin macropolymer with viscoelastic properties during dough mixing. **Journal of Cereal Science**, v. 45, p.128-133, 2007.

WANG, M.; OUDGENOEG, G.; VAN VLIET, T.; HAMER, R. J. Interaction of water unextractable solids with gluten protein: effect on dough properties and gluten quality. **Journal of Cereal Science**, v. 38, n. 1, p. 95-104, 2003.

WANG, M. W.; HAMER, R. J.; VAN VLIET, T.; OUDGENOEG, G. Interaction of water extractable pentosans with gluten protein: effect on dough properties and gluten quality. **Journal of Cereal Science**, v. 36, p. 25-37, 2002.

WANG, M.; VAN VLIET, T.; HAMER, R. J. Evidence that pentosans and xylanase affect the re-agglomeration of the gluten network. **Journal of cereal science**, v. 39, n. 3, p. 341-349, 2004.

WANG, M.; VAN VLIET, T.; HAMER, R. J. How gluten properties are affected by pentosans. **Journal of Cereal Science**, v. 39, n. 3, p. 395-402, 2004.

WANG, N.; HOU, G. G.; KWEON, M.; LEE, B. Effects of particle size on the properties of whole-grain soft wheat flour and its cracker baking performance. **Journal of Cereal Science**, v. 69, p. 187-193, 2016.

WIESER, H. Chemistry of gluten proteins. **Food microbiology**, v. 24, n. 2, p. 115-119, 2007.

YANG, T.; BAI, Y.; WU, F.; YANG, N.; ZHANG, Y.; BASHARI, M.; JIN, Z.; XU, X. Combined effects of glucose oxidase, papain and xylanase on browning inhibition and characteristics of fresh whole wheat dough. **Journal of Cereal Science**, v. 60, n. 1, p. 249-254, 2014.

YU, J.; WANG, S.; WANG, J., LI, C.; XIN, Q.; HUANG, W.; WANG, S. Effect of laboratory milling on properties of starches isolated from different flour millstreams of hard and soft wheat. **Food chemistry**, 172, 504-514, 2015.

ZHANG, D; MOORE, W. R. Effect of wheat bran particle size on dough rheological properties. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 74, n. 4, p. 490-496, 1997.

ZHU, K.; HUANG, S.; PENG, W.; QIAN, H.; ZHOU, H. Effect of ultrafine grinding on hydration and antioxidant properties of wheat bran dietary fiber. **Food Research International**, 43, n. 4, p. 934–938, 2010.

APÊNDICE A – Artigo científico

Avaliação do perfil reológico e características de qualidade tecnológica de farinha de grão inteiro de trigo adicionadas de xilanase

Josemere Both^a, Tatiana Oro^a, Joseane Bressiani^a, Vanessa Esteres^c, Maria T. Friedrich^b, Luiz C. Gutkoski^a

^a Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade de Passo Fundo, BR 285, CEP 99052-900, Passo Fundo, RS, Brasil

^b Curso de Graduação em Engenharia de Alimentos, Universidade de Passo Fundo, BR 285, CEP 99052-900, Passo Fundo, RS, Brasil.

Resumo

A melhor compreensão da formação de massa com a utilização de farinha de trigo de grão inteiro (FTGI) em combinação com enzima xilanase pode possibilitar a elaboração de alimentos com qualidade tecnológica e nutricional. Este trabalho teve como objetivo estudar a formação de massa de FTGI com diferentes tamanhos de partícula adicionada de concentrações variadas de enzima xilanase. As primeiras alterações pela interferência dos componentes da matriz da FTGI foram observadas nas propriedades de pasta e na formação de glúten, com o efeito das fibras evidente. Estas observações também foram notadas nas propriedades de massa, em que a enzima sofreu forte influência da variação do tamanho de partículas da FTGI alterando sua forma de atuação. A FTGI média (261,45 µm) em combinação com a enzima xilanase na concentração de 6,0 g/100 kg de FTGI apresentou as melhores características de massa e qualidade tecnológica para os pães elaborados, apresentando maior volume específico e melhor perfil de textura.

Palavras-chave: Farinha integral; enzima; Massa; Propriedades.

Abstract

The better comprehension dough formation with the use of whole wheat flour (WWF) in combination with xylanase enzyme may enable the elaboration of food with technological and nutritional quality. This work had as aimed to study the dough formation of whole grain

wheat flour with different particle sizes added with varying concentrations of xylanase enzyme. The first changes by interference of the WWF matrix components were observed in properties of pasta and gluten formation, with the evident fiber effect. These observations were also noted in the dough properties, where an enzyme was strongly influenced by the variation of the WGWF particle size, changing its way of acting. The average WWF (261.45 μm) in combination with the xylanase enzyme in the concentration of 6.0 g / 100 kg of WWF presented the best dough characteristics and technological quality for elaborated breads, presenting a higher specific volume and better texture profile.

Keywords: Whole grain flour; Enzyme; Dough; Properties.

1 Introdução

As farinhas de trigo de grão inteiro (FTGI) representam importante matéria prima para a indústria de panificáveis e uma direção para o desenvolvimento de produtos com componentes funcionais. A principal característica deste material é a presença das fibras e do gérmen, dentre outros componentes nutricionais, incluindo vitaminas, minerais e compostos fitoquímicos (FROLICH, 2013; OKARTER; LIU, 2010). As fibras e outros compostos da matriz de FTGI enriquecem nutricionalmente a farinha, porém exercem influência sobre a formação e o desenvolvimento da massa, causando alterações nas propriedades tecnológicas. Efeitos como a descontinuidade da rede de glúten por interações físico-químicas (AHMED et al., 2013) e a competição pela água entre os constituintes da farinha (BOITA et al., 2016), são algumas implicações das fibras sobre a qualidade da massa que se refletem na qualidade tecnológica e sensorial dos produtos (LE BLEIS et al. 2015).

Para a melhoria das características de massa elaboradas com FTGI, faz-se necessário investigar o processo de formação de massa e possíveis formas de intervenção durante o processo. Uma alternativa para compreender a influências dos componentes da matriz da FTGI é a variação do tamanho de partícula da farinha. Isso proporciona o aumento na superfície de contato dos componentes da matriz, quando o tamanho de partícula é reduzido, resultando em alterações na formação de massa (BRESSIANI, 2016). Outra alternativa para o estudo de formação de massa é a utilização de melhoradores tecnológicos como as enzimas. Tem sido descrito que a hidrólise enzimática de polissacáridos não amiláceos conduz à

melhoria das propriedades reológicas da massa (BOCK et al., 2013; GOSHAL; SHIVHARE; BANERJEE, 2016). A enzima xilanase é utilizada frequentemente na elaboração de pães integrais, pois pode hidrolisar aleatoriamente as cadeias de arabinosilanos mudando as características do farelo na massa, alterando a forma de agregação das proteínas para a formação da rede de glúten durante a elaboração de massa (BOCK et al., 2013).

Apesar de estudos investigarem o efeito das fibras nas propriedades tecnológicas da massa, poucos utilizam a moagem do grão inteiro para a elaboração das farinhas. Frequentemente, os estudos utilizam a reincorporação de frações de farelo de trigo na farinha refinada, não representando a totalidade dos componentes do grão. Assim, o esclarecimento sobre os efeitos da formação de massa é necessário, utilizando farinha de grão inteiro com diferentes tamanhos de partícula, moídas sem que ocorra a separação dos componentes do grão, com a adição da enzima xilanase.

Diante deste contexto, este trabalho visou estudar alterações da massa elaborada com FTGI adicionada de enzima xilanase, bem como os efeitos causados pelos componentes presentes na farinha obtida por moagem do grão inteiro. Para isto, foi proposto um planejamento experimental em delineamento composto central rotacional (DCCR) do tipo 2^2 que possibilitou a combinação das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase em cinco diferentes níveis. Este estudo possibilitará, além do melhor entendimento da formação de massa, sugerir uma intervenção tecnológica para a melhoria dos processos de elaboração de alimentos.

2 Materiais e métodos

2.2 Materiais

As FTGI utilizadas no trabalho foram fornecidas pela empresa Sementes e Alimentos Paraná (Mauá da Serra, PR, Brasil). As amostras foram preparadas a partir de um lote comercial de trigo selecionado por análises físicas e reológicas prévias. A moagem do trigo foi realizada pelo processo de micronização e obtido as amostras de FTGI com os diferentes tamanhos de partícula. A enzima Xilanase (Pentomax GF) foi fornecida pela empresa PROZYN (São Paulo, São Paulo, Brasil), com atividade de 5769,230 U/g, em que uma unidade de atividade enzimática (U) corresponde à quantidade de enzima capaz de liberar 1 μ mol de glicose por minuto.

2.3 Métodos

2.4 Caracterização físico-química das amostras

A distribuição granulométrica foi avaliada utilizando equipamento de difração a laser (Mastersizer 3000, Malvern, Inglaterra) e os tamanhos de partículas médios foram para farinha ultra fina (FUF), farinha fina (FF), farinha média (FM), farinha grossa (FG) e farinha ultragrossa (FUG) de 115, 52; 158,24; 261,46; 364,31 e 406,60 μm , respectivamente, abrangendo o planejamento experimental proposto. A caracterização físico-química das amostras de FTGI foram realizadas de acordo com os métodos da *American Association of Cereal Chemistry* (AACC, 2010). Os teores de umidade, proteína, cinzas, fibras alimentar total e atividade enzimática seguiram as metodologias nº 76-33.01, 44-15.02, 46-10.01, 08-12.01, 32-07.01 pela utilização de kit enzimático (*Total Dietary Fiber Assay Kit*, Sigma) e 56-81.03, respectivamente. A extração e determinação de lipídeos totais foi realizada pelo método proposto por Bligh; Dyer (1959). A atividade enzimática das amostras foi determinada pela metodologia nº 56-81.03 da AACC (2010), em equipamento *Falling Number* (FN 1800, Perten Instruments).

2.5 Propriedades de pasta

As propriedades de pasta das amostras foram determinadas em equipamento analisador de rápido de viscosidade (ARV) (RVA-3D, *Newport Scientific*, Austrália), equipado com software *Termocline for Windows*, versão 3.1, realizado de acordo com o método nº 76-21.01 da AACC (2010).

2.6 Glúten

Determinou-se o teor de glúten úmido, seco e índice de glúten em Sistema Glutomatic (modelo 2100, Perten Instruments, Suécia) pelo método nº 38-12.02 da AACC (2010). Para investigações de retenção de farelo nas frações foi determinado a cor do glúten úmido utilizando o aparelho espectrofotômetro de refletância difusa (modelo ColorQuest II,

HunterLab, EUA), com sensor ótico geométrico de esfera, utilizando o parâmetro de L* (luminosidade) que varia de zero (preto) a 100 (branco) o teor de cinzas pelo método nº 08-12.01 (AACC, 2010). Todas as análises foram realizadas em triplicata.

2.7 Preparação dos ensaios para o estudo de propriedades de massa e avaliações de características de qualidade tecnológica da FTGI

As propriedades de massa das FTGI foram estudadas com o emprego de um planejamento experimental em delineamento composto central rotacional (DCCR) do tipo 2². O DCCR aplicável à metodologia de superfície de resposta (BARROS NETO; SCARMINIO; BRUNS, 2003) foi utilizado com a finalidade de estudar o efeito combinado das variáveis tamanho de partícula da FTGI e concentração da enzima xilanase em cinco níveis codificados como $-\alpha$, -1 , 0 , $+1$, $+\alpha$. Os valores reais correspondentes a estes níveis estão apresentados na Tabela 1.

Variáveis independentes	Níveis				
	$-\alpha$	-1	0	$+1$	$+\alpha$
Tamanho de partícula da FTGI (μm) - X_1	116 (FUF)	158 (FF)	261 (FM)	364 (FG)	406 (FUG)
Xilanase (g/100 kg de FTGI) - X_2	0,360	2,000	6,000	10,000	11,640

Tabela 1 - Variáveis e níveis do planejamento experimental 2². FTGI: farinha de trigo de grão inteiro; FUF: farinha ultrafina; FF: farinha fina; FM: Farinha média; FG: farinha grossa; FUG: farinha ultra grossa.

Neste experimento foram usados 11 tratamentos, sendo quatro fatoriais (combinam os níveis -1 e $+1$), quatro axiais (uma variável nos níveis de $\pm \alpha$ e a outra em zero) e três centrais (as duas variáveis no nível zero). Os níveis das duas variáveis independentes foram selecionados a partir de dados obtidos em ensaios laboratoriais preliminares e de condições operacionais de processo. As variáveis respostas analisadas no DCCR foram propriedades de mistura da massa, resistência à extensão e extensibilidade e avaliações de características de qualidade tecnológica dos pães. A matriz do planejamento experimental com os valores codificados e reais está apresentada na Tabela 2.

Ensaio	Valores codificados		Valores reais	
	X ₁	X ₂	Tamanho de partícula (µm)	Xilanase (g/100 kg de FTGI)
1	-1	-1	158 (FF)	2,00
2	+1	-1	363 (FG)	2,00
3	-1	+1	158 (FF)	10,00
4	+1	+1	363 (FG)	10,00
5	-α	0	116 (FUF)	6,00
6	+α	0	406 (FUG)	6,00
7	0	-α	261 (FM)	0,36
8	0	+α	261 (FM)	11,64
9	0	0	261 (FM)	6,00
10	0	0	261 (FM)	6,00
11	0	0	261 (FM)	6,00

Tabela 2 - Matriz do planejamento experimental com os valores codificados e reais. FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa.

2.7 Propriedades reológicas

A determinação das propriedades de mistura da massa foi realizado em equipamento Promilógrafo (T6-E, *Labortechnik GmbH*, Alemanha), realizada de acordo com o método n° 54-21.02 da AACC (2010), pelo emprego de 200 g de amostra corrigida para a umidade de 14%. Os parâmetros avaliados foram absorção de água (AA), tempo de desenvolvimento da massa (TDM), índice de tolerância à mistura (ITM) e estabilidade da massa (E). As determinações foram realizadas em duplicatas. As propriedades de resistência à extensão e extensibilidade da massa foram realizadas segundo teste de KIEFFER et al. (1998). Para este teste, a massa foi preparada em equipamento Promilógrafo (modelo T6-E, *Labortechnik GmbH*, Alemanha) utilizando 200 g de amostra com correção da massa para 14% de umidade e adicionados 2% de NaCl, com base na massa de FTGI utilizada. Inicialmente, a amostra e o NaCl foram homogeneizados durante 1 min. Logo após foi adicionado água, conforme a absorção previamente determinada na análise de propriedades de mistura da massa e homogeneizado durante 1 min. O misturador foi desligado logo após a adição de água e a massa permaneceu em descanso na masseira do promilógrafo por 5 min. Em seguida, a masseira foi novamente ligada até completar o tempo de desenvolvimento da massa previamente determinado no ensaios de propriedades de mistura massa. Após o preparo da massa, foram separadas porções de 50 g e deixadas em descanso por 45 min. Para a análise em texturômetro (modelo TA-XT2i, *Stable Micro Systems*, Reino Unido), as porções foram

modeladas em molde específico do equipamento para a confecção de tiras com aproximadamente 7 mm de diâmetro e 60 mm de comprimento. As condições aplicadas ao ensaio foram: velocidade de pré-teste: 2,0 mm/s, velocidade de teste: 3,3 mm/s, velocidade de pós-teste: 10,0 mm/s e distância de 75,0 mm (KIEFFER et al., 1998). A análise foi realizada em duplicata.

2.8 Avaliação de características de qualidade da FTGI para elaboração de pães

O preparo da massa foi realizado empregando método de panificação em pequena escala como descrito por ORO (2013), com modificações. A massa foi preparada utilizando a masseira do equipamento Promylograph (T6-E, Labortechnik GmbH, Alemanha) com capacidade para 200 g de amostra. As massas preparadas utilizaram 100% de FTGI, gordura vegetal hidrogenada (3%), cloreto de sódio (2%), ácido ascórbico (0,01%), açúcar (5%), fermento biológico (3%) e água destilada a 30 °C, adicionada suficientemente para que a massa atingisse a consistência de 650±20 Unidades Promilográficas.

A FTGI foi colocada na masseira do promilógrafo e misturada durante 1 minuto em temperatura controlada de 30 °C. Em seguida, foram adicionados o açúcar, o fermento, o sal, a gordura vegetal hidrogenada e o ácido ascórbico e também misturados durante 1 minuto. Após este período, foi adicionada água destilada e deixando sob amassamento, empregando o tempo de desenvolvimento da massa previamente determinado nas propriedades de mistura da massa para cada ensaio.

Finalizada a etapa de amassamento, a massa foi fracionada em quatro partes iguais de 35,0 g cada. As frações foram moldadas e colocadas em formas de aço inox nas dimensões proposto por ORO (2013), previamente untadas com gordura vegetal hidrogenada. As massas permaneceram em câmara de descanso (Multi Pão, Brasil) sob temperatura controlada de 30 °C e 100% de umidade relativa durante 40 minutos. Posteriormente, foram submetidas a cozimento em forno (QA 226, *Labor Instruments Works*, Hungria) com temperatura controlada de 150 °C e tempo de cozimento de 14 minutos. Os pães permaneceram em temperatura ambiente por 1 hora após cozimento para esfriar antes das análises de qualidade.

As análises de qualidade realizadas foram volume específico de acordo com o método AACC 10-05.01 (2010), perfil de textura dos pães, avaliado seguindo o método nº 74-09.01 da AACC (2010) e cor da crosta e miolo. Para o perfil de textura foram utilizadas seis fatias

de pão, cortadas na espessura de 25 mm (25 mm de largura x 25 mm de comprimento), removendo a crosta com faca elétrica. As fatias foram analisadas em equipamento texturômetro (TA.XT.plus, *Stable Micro Systems*, Inglaterra), com probe cilíndrico de alumínio P/20R (raio de 20 mm), velocidade pré-teste = 1,0 mm.s⁻¹; velocidade de teste = 1,7 mm.s⁻¹; velocidade de pós-teste = 10,0 mm.s⁻¹ e força de compressão de 40%. Os parâmetros considerados foram firmeza e mastigabilidade. A cor da crosta e do miolo dos pães foram determinadas em aparelho espectrofotômetro (HunterLab, ColorQuest II Sphere, Inglaterra), com sensor ótico geométrico de esfera. O valor de L* (luminosidade) obtidos variam de zero (preto) a 100 (branco). A análise foi realizada em triplicata.

3 Resultados e discussão

3.1 Influência da variação do tamanho médio de partícula na caracterização físico-química

As características físico-químicas (Tabela 3) apresentaram poucas variações, sendo que o teor de umidade e fibra alimentar total apresentaram as maiores variações entre as amostras.

Amostra	Umidade (%)	Proteínas (%)	Lipídios (%)	Cinzas (%)	Fibra Alimentar total (%)
FUF	9,41 ^d ±0,14	14,23 ^a ±0,13	2,29 ^a ±0,23	1,53 ^b ±0,02	12,41 ^a ±0,27
FF	9,59 ^d ±0,00	14,02 ^{ab} ±0,07	2,56 ^a ±0,02	1,61 ^a ±0,01	12,58 ^a ±0,26
FM	11,29 ^c ±0,04	13,66 ^b ±0,07	2,54 ^a ±0,01	1,60 ^a ±0,03	10,99 ^b ±0,33
FG	12,21 ^b ±0,12	13,86 ^{ab} ±0,08	2,54 ^a ±0,06	1,61 ^a ±0,01	9,74 ^c ±0,09
FUG	13,52 ^a ±0,03	13,57 ^b ±0,00	2,29 ^a ±0,01	1,61 ^a ±0,00	9,17 ^d ±0,15

Tabela 3 - Caracterização físico-química das amostras de FTGI expressos em base seca. Resultados expressos como média de três determinações ± desvio padrão. Valores médios seguidos de letras diferentes na mesma coluna se diferem entre si pelo teste de Tukey (p<0,05). FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa.

As amostras de FTGI apresentaram valores significativamente diferentes entre si (p<0,05) para a umidade que variou entre 9,4 e 13,5 g/100 g, proporcionais ao tamanho de partícula. Esta tendência está relacionada com o tempo de moagem utilizado para a redução do tamanho de partícula, sendo que tamanhos de partículas menores permaneceram mais tempo no processo de moagem, resultando em alterações na umidade do material.

Para os valores de proteína as amostras de FTGI apresentaram em média 13%. Os valores para lipídeos e acidez graxa não tiveram diferença significativa entre as amostras. A determinação destes dois parâmetros fornece dimensão da conservação qualidade da farinha de trigo, sendo que a acidez avalia o grau de degradação oxidativa dos lipídeos que podem sofrer alterações dependendo das condições do armazenamento do produto (BRASIL, 2005). Apesar de a fração lipídica representar pequena proporção da massa dos grãos, os lipídeos podem influenciar significativamente as propriedades de massa, dificultando a hidratação dos grânulos de amido (PATTISON, 2013).

O valor percentual de matéria mineral presente nas amostras apresentou pouca variação entre as amostras, com maior valor para FF. O conteúdo de fibra alimentar total variou entre 12,41 a 9,74 g/100 g (FUF - FUG) e apresentou significativa diferença entre as amostras, exceto entre as farinhas ultrafina e fina, com diferença de aproximadamente 27% quando o tamanho de partícula foi reduzido de FUG para FUF. Resultados semelhantes foram encontrados por Chau et al. (2007) e Zhu et al. (2010), os quais observaram que processos utilizando moagem com micronização das partículas de FTGI, a redistribuição dos componentes de fibra, foi alterada através da pulverização das partículas de fibra de trigo quando o tamanho de partícula diminuiu.

Os resultados da caracterização físico-química das FTGI nos forneceu uma dimensão das características das amostras, em que o conjunto dos resultados apresentados na Tabela 3, indicou que a FTGI micronizada obtida do processo de moagem industrial manteve todas as características do material. Segundo os limites propostos pela Instrução Normativa nº 8 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, no regulamento técnico de identidade e qualidade da farinha de trigo (IN8, MAPA) as amostras de FTGI encontra-se dentro dos limites estipulados para farinha integral. Os valores de umidade e resíduo mineral fixo ficaram abaixo de 15 e 2,5%, respectivamente, e valores para proteína acima de 7,5% (BRASIL, 2005).

As determinações da atividade enzimática (Figura 1) apresentaram diferença significativa ($p < 0,05$) entre as amostras com tendências descendentes quando o tamanho de partícula foi aumentado. A FUF teve maior atividade entre as cinco amostras, não diferindo da FF e FM expondo o significativo efeito da redução do tamanho de partícula. Esta atividade demonstra que os componentes da matriz da FGI ficam mais expostos e as interações durante a formação de massa podem ser mais acentuados e complexas, devido a presença das camadas externas do grão e a fração de gérmen.

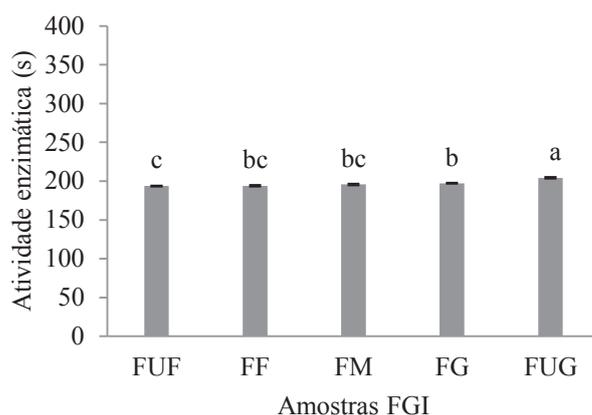


Figura 1 – Determinação da atividade amilolítica. Resultados expressos como média de três determinações \pm desvio padrão. Valores médios seguidos de letras diferentes nas barras se diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa.

Alterações durante a formação da massa podem ocorrer devido a presença de excesso de atividade enzimática. Como as amostras de FTGI apresentaram altas atividades enzimáticas (< 250 s) possíveis alterações nas propriedades de massa e nas características dos produtos poderão ser atribuídas a esta determinação (CODINA; LEAHU, 2009; PERTEN, 2011). Valores altos de atividade enzimática são encontrados, geralmente, em trigos com germinação pré-colheita e não são desejáveis para farinhas destinadas a produção de pão de forma. Isto se deve a sua atuação sobre o amido, em que valores elevados de atividade da enzima α -amilase levam a formação de um gel fraco e é indicativo de baixa qualidade para panificação, gerando massa úmida e pegajosa, além de miolo do pão escuro, devido ao excesso de açúcares redutores que reagem com os grupamentos amino das proteínas, caracterizando a reação de *Maillard*. Já as baixas atividades não irão favorecer a hidrólise do amido e podem prejudicar a fermentação da massa por não disponibilizar substrato suficiente para as leveduras (MELLADO, 2006; VÁZQUEZ, 2009).

3.2 Propriedades de pasta

Os valores para as propriedades de pasta da FTGI estão apresentados na Tabela 4.

Amostra	Viscosidade máxima (cP)	Quebra (cP)	Viscosidade final (cP)	Tendência à retrogradação (cP)
FUF	761,00 ^a ± 5,00	480,67 ^a ± 3,05	1069,00 ^a ± 2,64	829,67 ^a ± 5,50
FF	748,33 ^b ± 1,52	486,33 ^a ± 7,76	945,33 ^c ± 5,85	678,33 ^c ± 9,45
FM	681,67 ^c ± 3,05	387,00 ^b ± 4,04	1049,67 ^b ± 7,63	759,33 ^b ± 4,61
FG	604,67 ^d ± 6,11	227,67 ^c ± 4,16	898,33 ^d ± 3,05	605,67 ^d ± 5,13
FUG	377,00 ^e ± 2,64	198,33 ^d ± 1,52	199,00 ^e ± 1,00	191,33 ^e ± 2,08

Tabela 4 - Propriedades de pasta das amostras de FTGI. Resultados expressos como média de três determinações ± desvio padrão. Valores seguidos de letras diferentes na mesma coluna se diferem entre si pelo teste de Tukey ($p < 0,05$). FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa. cP: Centipoise.

Os valores obtidos para viscosidade máxima foram significativamente diferentes entre si ($p < 0,05$), sendo inversamente proporcionais ao tamanho de partícula da FGI. Maiores valores de viscosidade para FUF podem ter ocorrido por influência dos componentes da farinha no meio. A FUF, devido a menor granulometria, apresenta maior superfície de contato quando comparado com as demais FGI, facilitando as interações químicas entre os componentes das fibras e a água. Estas interações diminuem a disponibilidade de água no meio para o intumescimento do amido, em que as fibras absorvem quantidade água significava resultando na elevação da viscosidade máxima com o aumento da superfície de contato entre as amostras (HONGSPRABHAS et al., 2007; LIU et al., 2016).

Os valores das determinações foram significativamente diferentes entre si ($p < 0,05$), exceto para FUF e FF, em que tamanho de partícula apresentou influência para a quebra. Quando ocorreu a diminuição de 291 μm no tamanho de partícula entre a FUF e a FUG a estabilidade dos grânulos diminuiu, chegando a redução de 282,34 cP, deixando a estruturas do amido mais vulnerável e menos estável.

Os dois maiores valores para quebra foram observados na FUF e FF. Este fato pode ser relacionado com a homogeneidade e o tamanho das partículas, tendo a estabilidade dos grânulos e as condições do meio muito parecidas, resultando em valores aproximados de quebra. A presença e a superfície de contato das fibras contribuíram com a baixa estabilidade dos grânulos de amido. Elas apresentam efeito físico na matriz de gel formado, causando perfuração do grânulo de amido e a diminuição da estabilidade da pasta. Ainda entre as amostras de FTGI, pode-se relacionar a estabilidade dos grânulos com as interações entre amilose e amilopectina através das ligações de hidrogênio (YU et al., 2015). Os tamanhos de partícula menores possibilitaram maior número de ligações de hidrogênio, permitindo maior lixiviação da amilose para o meio. Este fenômeno é atribuído a amilose, pois na estrutura radial do grânulo de amido as cadeias estão localizadas na superfície com cadeias menores

fazendo menos ligações, enquanto que a amilopectina está situada no interior e possui estrutura mais complexa.

Além do tamanho de partícula, a atividade enzimática apresentada pelas amostras influenciou na redução da viscosidade de pasta no parâmetro de quebra. Como os valores para a atividade amilolítica e α -amilase foram significativamente elevados (193 à 205 s), durante a formação dos géis com os grânulos de amido já intumescidos, a susceptibilidade à ação enzimática aumenta, causando a degradação das moléculas de amido em oligossacarídeos, monossacarídeos, entre outros (MELLADO, 2006), resultando em valores de viscosidade final maiores nos tamanhos de partículas menores.

Os parâmetros de viscosidade final e de tendência a retrogradação diferiram significativamente entre as amostras ($p < 0,05$), tendo aumentado seus valores à medida que diminuiu o tamanho de partícula das amostras de FTGI. As interações entre os componentes da farinha são determinantes para estes parâmetros. Como os parâmetros de viscosidade final e de tendência à retrogradação estão ligados à viscosidade máxima e a quebra pode-se dizer que, as interações entre as fibras pela absorção de água e o efeito do tamanho da partícula influenciou na formação do gel, sendo que, os géis formados a partir de menores tamanhos de partículas apresentaram menor estabilidade dos grânulos de amido (CAI et al., 2014), e conseqüente, maior liberação de água para o meio, aumentando a viscosidade final para amostras com maior superfície de contato e menor tamanho de partícula.

A tendência à retrogradação pode deixar mais evidente a influência do tamanho de partícula e a estabilidade do grânulo de amido a altas temperaturas. As amostras que apresentaram maiores valores de tendência a retrogradarão indicaram amidos com menor estabilidade a retrogradação. Isso se reflete na capacidade que o amido tem de manter a água no grânulo depois de resfriado. Tecnicamente, esta amostra terá menor estabilidade dos grânulos de amido depois da formação de gel, e conseqüentemente, maior tendência a formar aglomerados cristalinos pela amilose na reorganização das estruturas durante o resfriamento, conferindo ao produto final textura mais firme e palatabilidade inferior (BRESSIANI, 2016).

Os resultados obtidos para viscosidade máxima e final, assim como os valores obtidos para quebra e tendência à retrogradação não foram favoráveis para os menores tamanhos de partícula (FUF, FF e FM) para elaboração de produtos. Como o desejável são géis que apresentem estabilidade durante a elaboração e após o cozimento dos produtos, as amostras FG e FUG apresentaram características de géis com maior estabilidade de pasta e menor tendência à retrogradação, mantendo a qualidade durante o armazenamento e podendo apresentar menor firmeza de pasta quando comparado com as amostras de FGI mais finas.

3.4 Determinação e características de cor e cinzas do glúten

A determinação do teor de glúten pode indicar a qualidade tecnológica da FTGI, sendo que a quantidade e a qualidade desta fração na massa são essenciais para conferir propriedades viscoelásticas na massa, refletindo-se na qualidade do produto final. A Tabela 5 apresenta os teores de glúten para as amostras de FTGI.

Amostra	Glúten úmido (%)	Glúten seco (%)	Índice de glúten (%)	L*	Cinzas (%)
FUF	38,32 ^a ± 0,44	11,85 ^a ± 0,21	93,51 ^a ± 0,14	38,40 ^c ± 1,08	4,50 ^a ± 0,26
FF	31,13 ^b ± 0,93	9,43 ^b ± 0,16	91,26 ^{ab} ± 0,71	41,76 ^b ± 1,10	4,13 ^a ± 0,06
FM	20,80 ^c ± 0,80	7,25 ^c ± 0,29	89,45 ^b ± 0,46	43,18 ^{ab} ± 0,14	1,79 ^b ± 0,24
FG	20,19 ^c ± 0,33	6,97 ^c ± 0,11	86,69 ^c ± 0,17	43,80 ^a ± 0,63	1,73 ^b ± 0,14
FUG	20,03 ^c ± 0,14	6,98 ^c ± 0,59	82,36 ^d ± 0,79	43,69 ^a ± 0,55	0,73 ^c ± 0,01

Tabela 5 - Teor de glúten das amostras de farinhas de trigo de grão inteiro e características de cor e cinzas. Resultados expressos como média de três determinações ± desvio padrão. Valores seguidos de letras diferentes na mesma coluna se diferem entre si pelo teste de Tukey (p<0,05). L*: Luminosidade (0 preto à 100 branco). FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa.

Os teores de glúten úmido e seco confirmaram a influência do tamanho de partícula entre as amostras FUF e FF, apresentando diferença significativa (p<0,05) e não diferindo para FM, FG e FUG. As amostras FUF e FF, com menor tamanho de partícula a diferença de glúten úmido foi mais acentuada, levando a um aumento de 18,29 e 11,11%, respectivamente, quando comparadas com a FUG e de glúten seco de 4,872% e 2,44%. A principal influência no glúten úmido deve-se a variação da superfície de contato das fibras e disponibilidade das proteínas a interagirem com água, durante a formação do glúten. As proteínas formadoras do glúten, gliadina e glutenina, são insolúveis em água e interagem para formar a rede proteica sob trabalho mecânico. Quando o tamanho de partícula da FGI apresentou superfície de contato menor, a água tem acesso limitado para promover a interações com as proteínas, diminuindo o número de ligações dissulfeto (WIESER; KIEFFER, 2001). Outros fatores que podem ter interferido na qualidade de formação da rede glúten é a presença dos compostos fitoquímicos da fração de farelo, que são expostos nos tamanhos de partícula menor, interferindo nas ligações de dissulfeto (ZHU et al. 2010).

O parâmetro glúten seco, representa a fração de glúten úmido em que a umidade inicialmente incorporada na rede é removida, permanecendo aproximadamente 1/3 da massa de glúten úmido (POMERANZ, 1977). Apenas as amostras FUF e FF não apresentaram estas proporções. Isto está relacionado com as fibras retidas no glúten durante o processo de

lavagem. As fibras que permaneceram no meio são apontadas como material higroscópico, que tem grande afinidade para interagir com a água e outros componentes da farinha como amido e glúten (ROOZENDAAL et al., 2012). Como os menores tamanhos de partícula retiveram frações de farelo durante a lavagem da massa, a exposição dos grupos hidroxilas das fibras teve mais afinidade de ligar-se com as moléculas de água aumentando o teor de glúten úmido, não correspondendo com a massa seca.

Os resultados de coloração e cinzas do glúten favorecem a discussão sobre a influência do farelo como interferência na formação da rede de glúten. Os valores de luminosidade (L^*) tendem a tons mais claros quando o tamanho de partícula aumenta, correspondendo ao teor de cinzas. Na análise da determinação de glúten trabalha-se com diferenças de massas entre os parâmetros. Desta forma, os tamanhos de partículas menores, em que os valores obtidos para os parâmetros de glúten foram maiores, consiste em um resultado falso positivo, pois os maiores valores de glúten úmido, seco e índice de glúten não são inerente a melhor e mais forte rede de glúten, e sim à maior presença de fibras, que altera a consistência da massa, para cada tamanho de partícula, podendo indicar valores maiores que os reais e alterar a qualidade da rede.

O índice de glúten apresentou diferença significativa ($p < 0,05$) entre as amostras, sendo o tamanho de partícula inversamente proporcional ao índice. As amostras FUF e FF apresentaram os maiores valores. Estes valores relacionaram-se mais uma vez com a fração de farelo retido no glúten, em que a presença do mesmo pode ser caracterizada como efeito físico de tamanho da partícula e ainda que, a fração de farelo deixou a rede de glúten mais rígida e menos extensível. Wang e colaboradores (2004) encontraram relações de índice de glúten semelhantes e concluíram que a fração de farelo tem efeito negativo sobre a formação do glúten, prejudicando sua qualidade.

O observado entre as amostras foi que presença do farelo de trigo influencia na formação do glúten, em que, tamanhos maiores de partículas apresentaram os menores valores, pois retêm amido e proteínas sobre a estrutura do farelo após a moagem, que são retirados do meio quando a massa é lavada durante o processo de análise. Este efeito não é observado em partículas menores. Além da redução do tamanho de partícula disponibilizar maior quantidade de proteínas e amido, a lavagem da massa não retira todo o farelo no meio, permanecendo frações incorporadas na rede. Este efeito não foi observado para tamanhos de partículas maiores, em que ocorreu a retirada da fração de farelo do glúten, podendo estar relacionado a isso o menor teor de glúten nas amostras FM, FG e FUG.

De forma geral, observa-se que na análise de glúten que todos os parâmetros sofreram influências físicas e químicas, não representando a qualidade da FTGI, e sim uma elevada interferência das fibras na consistência da rede de glúten, relacionadas ao tamanho e a presença física do farelo, bem como a interação das moléculas de água para com os componentes da FTGI, que se evidenciou como um elemento fundamental na formação e desenvolvimento da rede de glúten.

3.5 Estudo de propriedades de massa

A determinação de propriedades de mistura da massa foi realizada a fim de avaliar os efeitos de tamanhos de partícula da FTGI e concentrações de enzima xilanase na capacidade de absorção de água, no tempo necessário para que a massa atinja seu desenvolvimento máximo a partir da hidratação e amassamento, estabilidade e a tolerância apresentada pela massa durante a mistura. Na Tabela 6 estão apresentadas as respostas das propriedades de mistura da massa das amostras de FTGI com diferentes tamanhos de partícula e concentrações de enzima xilanase.

Ensaio	X ₁	X ₂	AA (%)	E (min)	TDM (min)	ITM (UP)
1	158 (FF)	2,0	76,45 ± 0,14	12,05 ± 0,35	9,65 ± 0,07	75,00 ± 1,41
2	363 (FG)	2,0	70,27 ± 0,00	9,80 ± 0,28	9,0 ± 0,42	83,50 ± 0,70
3	158 (FF)	10,0	76,38 ± 0,05	10,5 ± 0,42	8,8 ± 0,14	105,50 ± 0,70
4	363 (FG)	10,0	71,41 ± 0,06	8,60 ± 0,00	8,90 ± 0,14	106,5 ± 0,70
5	116 (FUF)	6,0	77,55 ± 0,00	10,95 ± 0,07	14,05 ± 0,07	39,00 ± 1,41
6	406 (FUG)	6,0	72,47 ± 0,10	7,75 ± 0,07	9,30 ± 0,14	103,00 ± 1,41
7	261 (FM)	0,36	73,05 ± 0,07	10,95 ± 0,21	9,50 ± 0,28	68,50 ± 2,12
8	261 (FM)	11,64	74,31 ± 0,06	9,00 ± 0,28	10,70 ± 0,98	81,50 ± 13,43
9	261 (FM)	6,0	73,70 ± 0,03	10,40 ± 0,00	11,30 ± 0,56	57,00 ± 0,01
10	261 (FM)	6,0	73,71 ± 0,02	10,30 ± 0,14	11,55 ± 0,35	58,00 ± 1,41
11	261 (FM)	6,0	73,65 ± 0,07	10,85 ± 0,21	11,25 ± 0,21	60,00 ± 1,41

Tabela 6 – Valores experimentais das determinações de absorção de água (AA), estabilidade da massa (E), tempo de desenvolvimento da massa (TDM) e índice de tolerância a mistura (ITM) da massa de amostras de farinha de trigo de grão inteiro com diferentes tamanhos de partícula e concentrações de enzima xilanase. X₁ = tamanho de partícula (µm); X₂ = concentração da enzima xilanase (g/100 kg de farinha). FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa.

A Figura 2 representa a estimativa dos efeitos das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para o parâmetro AA das propriedades de mistura da massa.

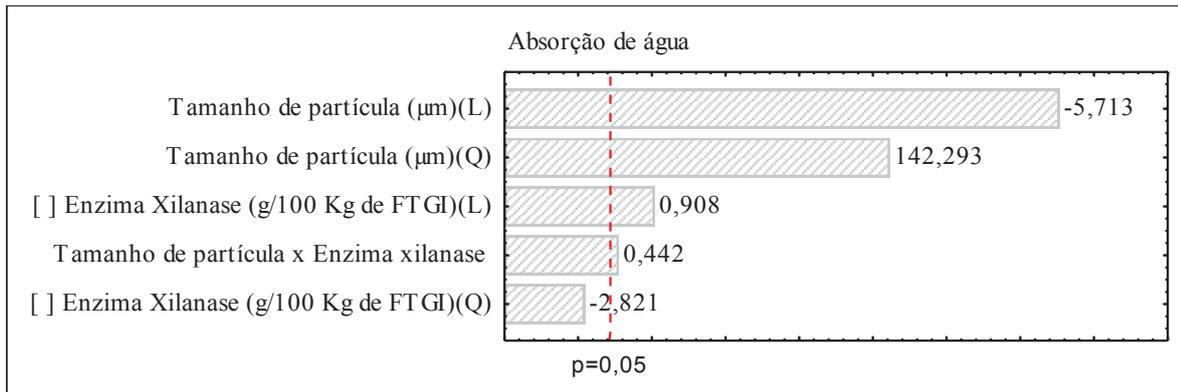


Figura 2 – Representação da estimativa dos efeitos das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase na absorção de água da massa de amostras de FTGI. L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. p: Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade para as barras que ultrapassam a direita da alinha vermelha ($p < 0,05$). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro.

O tamanho de partícula e a concentração de enzima xilanase apresentaram efeitos linear e quadrático significativos ($p < 0,05$), sobre a AA. O efeito da concentração da enzima foi positivo, entretanto o aumento na absorção de água derivado do aumento da concentração de enzima não era esperado, pois a tendência é de diminuição na absorção, devido à hidrólise dos arabinosilanos.

De acordo com a análise da regressão (Apêndice B, Tabela 15), observou-se que os dados experimentais ajustaram-se ao modelo de segunda ordem, visto que $F_{\text{calculado}}$ (234,487) foi maior que F_{tabelado} (2,852), com coeficiente de determinação (R^2) de 0,986, mostrando-se adequado para explicar a variância total da resposta. O modelo matemático empírico de 2ª ordem obtido para variáveis significativas e não significativas está apresentado no Apêndice B, Tabela 17.

Já é conhecido que o aumento na absorção de água ocorre quando as partículas das FTGI são reduzidas a tamanhos menores e isso se deve a possibilidade de interações das fibras com as moléculas de água (BOITA et al, 2016). Entre os resultados obtidos, foram observadas tendências divergentes, em que não foi esperado o aumento na absorção de água com a adição da enzima xilanase. Além da absorção de água pelas fibras, a maior exposição do amido pode ter causado o acréscimo na AA. Como as amostras de FUF e FF foram mais fragmentadas, os aglomerados amiláceos ficaram com sua superfície de contato aumentada, elevando seu poder de intumescimento. Pode-se relacionar também, mas não exclusivamente, os valores de amido danificado. O dano no grânulo de amido pode ter facilitado a AA, pela maior exposição dos grupos hidroxila, através do rompimento de ligações do tipo pontes de

hidrogênio entre amilose e amilopectina, favorecendo o aumento de absorção de água pela farinha, quando comparado com o grânulo de amido inteiro.

Quando avaliadas combinações de tamanhos de partículas iguais com concentrações de enzima diferentes, a combinação com maior concentração de enzima xilanase apresentou superior absorção de água. Em meio reacional, o que pode ter ocorrido é a hidrólise incompleta dos arabinosilanos, uma vez que, a reação ocorre de forma sequencial em ligações específicas. Não ocorrendo a hidrólise completa, a fragmentação das estruturas dos arabinosilanos podem ter aumentado o potencial de ligação com água, expondo mais agrupamentos OH na superfície das fibras, conferindo maior polaridade e aumentando a característica hidrofílica e as ligações de hidrogênio no meio, elevando a quantidade de água necessária para o desenvolvimento ideal da massa.

A Figura 3 representa a estimativa dos efeitos das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para o parâmetro estabilidade das farinhas de trigo de grão inteiro.

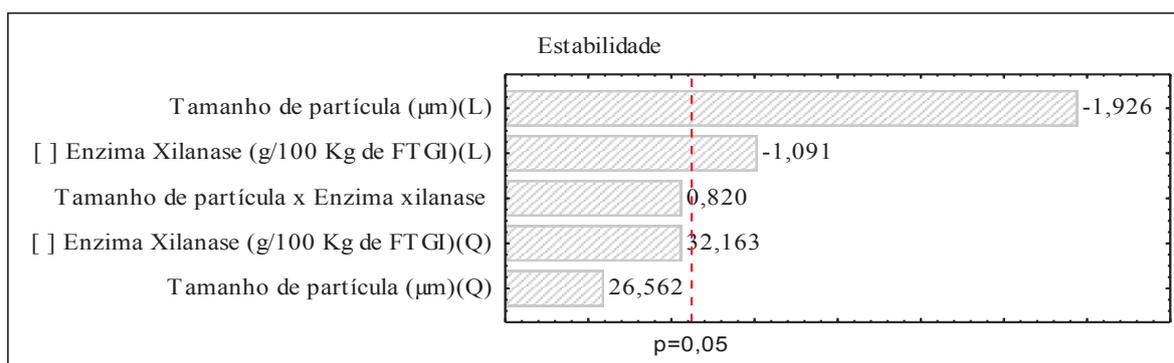


Figura 3 - Representação da estimativa dos efeitos das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para estabilidade da massa elaborada com FTGI. L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. p: Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade para as barras que ultrapassam a direita da linha vermelha ($p<0,05$). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro.

Durante o processo de elaboração da massa com FTGI, o efeito do tamanho de partícula e da concentração da enzima xilanase é negativo sobre a estabilidade ($p<0,05$), ou seja, quando a FTGI tem o tamanho de partícula reduzido, a massa tolerou menores tempos de mistura antes que a rede de glúten formada perdesse força e as características de manipulação. Este efeito também foi observado para as concentrações de enzimas aplicadas, em que ocorreu a diminuição da estabilidade da massa quando concentrações maiores de enzimas são adicionadas, correspondendo ao efeito negativo.

De acordo com a análise da regressão (Apêndice B, Tabela 15), observou-se que os dados experimentais se ajustaram ao modelo de segunda ordem (Apêndice B, Tabela 17), com coeficiente de determinação (R^2) de 0,74, sendo adequado para justificar a variância total da resposta.

Três fenômenos podem ser atribuídos a estas observações, sendo que a primeira está relacionada à hidrólise dos arabinosilanos das fibras, segunda: a característica redutora da enzima xilanase em sistemas de massa, podendo interferir nas ligações dissulfeto, e terceira: possíveis interferências por compostos químicos presentes nas fibras do grão de trigo (COURTIN; DELCOUR, 2002; ROHN, 2014; WANG et al., 2004). Como já discutido no parâmetro de AA, a hidrólise parcial das estruturas de arabinosilanos podem ter causado interferências na rede de glúten pela presença física da fibra e interações químicas com a rede de glúten causando a diminuição da estabilidade da massa.

O segundo fator está relacionado com comportamento redutor da enzima xilanase sobre a rede proteica. Mudanças nas conformações das proteínas de glúten com a presença das fibras e da enzima podem ter causado alterações nas estruturas secundárias. Segundo Silvam et al. (2013; 2012) a diminuição das ligações dissulfeto intermoleculares na massa pode ter causado a perda de estabilidade. Conforme Wieser (2007) a maioria das proteínas estão no estado oxidado para a formação das ligações dissulfeto intra ou intermoleculares e estas são alvo para a maioria das reações de redução que ocorrem durante a formação de massa com a presença da enzima xilanase e em FTGI. Ainda, os efeitos sobre a rede proteica, podem ser atribuídos a presença de compostos químicos na fração de farelo da FTGI, liberados com o rompimento das células estruturais das camadas externas do grão.

Primo-Martín et al. (2005) sugeriram que os compostos aromáticos ligados as fibras podem corroborar para a quebra de ligações dissulfeto entre as proteínas nas amostras de FTGI. O composto fenólico mais abundante é o ácido ferúlico que está ligado aos arabinosilanos e é indicado por apresentar comportamento redutor nas interações entre resíduos de aminoácido cisteína (APPRICH et al., 2013; ROSA et al., 2013; WANG et al., 2004). Como a enzima xilanase hidrolisa e expõem mais estes compostos, a rede de glúten pode ter perdido a qualidade por formar mais sulfidrilas livres no meio, resultando na diminuição da estabilidade da farinha ao amassamento.

Em comparação com a AA e a estabilidade, o TDM apresentou apenas efeito significativo para tamanho de partícula linear. A Figura 4 representa a estimativa dos efeitos das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para a resposta TDM nas amostras de FTGI.

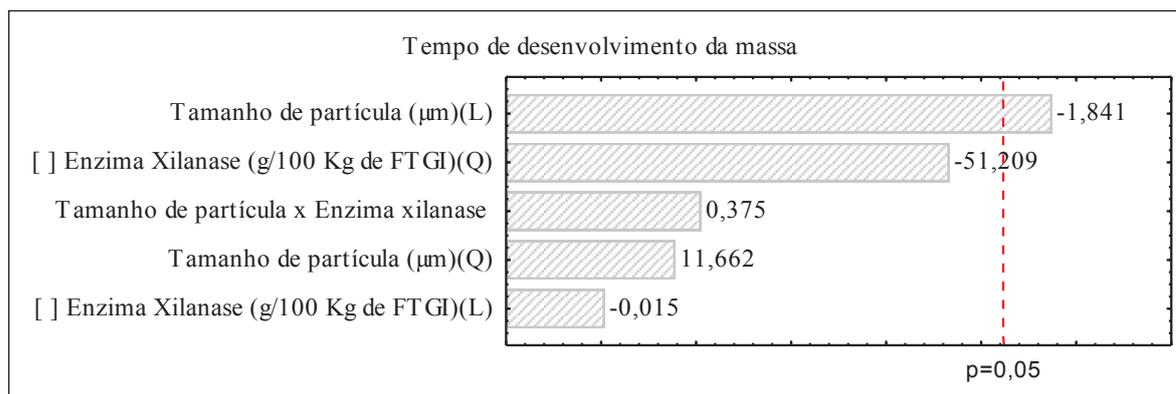


Figura 4 - Representação da estimativa dos efeitos das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para o parâmetro tempo de desenvolvimento da massa elaborada com FTGI. L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. p: Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade para as barras que ultrapassam a direita da alinha vermelha ($p < 0,05$). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro.

O tamanho de partícula propicia um desenvolvimento mais rápido da massa, com abreviação de aproximadamente 2 min no tempo de amassamento.

De acordo com a análise da regressão (Apêndice B, Tabela 15), observou-se que os dados experimentais ajustaram-se ao modelo de segunda ordem (Apêndice B, Tabela 17).

O TDM pode ser relacionado com a absorção de água. As relações podem ser baseadas na superfície de contato entre as farinhas com a velocidade de hidratação dos componentes da matriz da FTGI. Como observado no parâmetro absorção de água, à medida que o tamanho de partícula da FTGI diminuiu, a absorção de água aumentou e isso se refletiu no desenvolvimento da massa, resultando em um TDM maior. Vale notar que a hidratação adequada do farelo é dependente do tamanho de suas partículas. Awika (2011) observou que grandes partículas de farelo absorvem água de forma relativamente lenta e o processo de difusão das extremidades para centro requer mais tempo durante a absorção, o que não é observado na moagem para FUF e FF.

O efeito do tamanho de partícula e da concentração da enzima xilanase apresentou significância ($p < 0,05$) com valores positivos sobre o ITM. Estes efeitos estão, mais uma vez relacionadas com a superfície de contato das fibras e a atuação da enzima xilanase. A Figura 5 representa a estimativa do efeito da variável tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para o parâmetro ITM da massa nas FTGI.

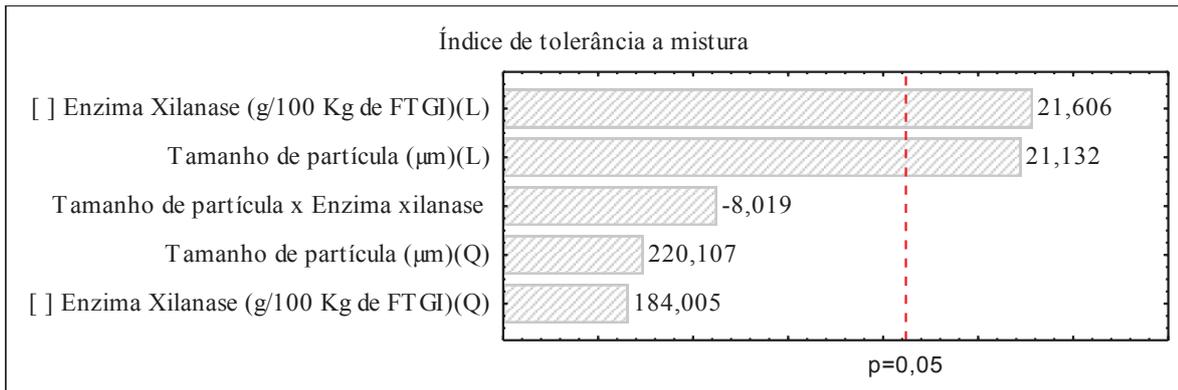


Figura 5 - Representação da estimativa dos efeitos das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para o parâmetro de índice de tolerância à mistura da massa elaborada com FTGI. L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. p: Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade para as barras que ultrapassam a direita da alinha vermelha ($p < 0,05$). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro.

Nestes efeitos, observou-se separadamente o efeito de interação entre tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase, evidenciado no parâmetro absorção de água. Essa relação foi possível, pois quando o tamanho de partícula é reduzido a enzima encontra mais sítios para realização da hidrólise nos arabinosilanos deixando a massa mais extensível, reduzindo a tolerância ao amassamento (NAWROCKA et al, 2014).

De forma individual, o tamanho de partícula menor causa maior impacto sobre o rompimento da rede de glúten, e tolera menos tempo de amassamento quando comparado com tamanhos de partículas maiores, expondo mais os compostos químicos presentes nas fibras, que podem ter corroborado com o efeito significativo da enzima. O tempo de realização da análise também pode ter interferido. A atuação e o efeito da enzima são observados em maiores tempos de ensaios, e a atuação da enzima será percebida mais ao final do ensaio. Assim, a hidrólise dos arabinosilanos começará a ser mais evidente ao final do processo, em que, o aumento de viscosidade causada pela formação de hidrolisados diminuiu a tolerância ao amassamento quando a concentração de enzima aumentou.

Outra relação importante feita foi comportamento do índice de tolerância à mistura da massa com a estabilidade da mesma. Como observado em tamanhos de partículas menores, a estabilidade da massa se mostrou menor, em comparação com os tamanhos de partículas maiores. Isto pode ser relacionado de forma direta, em que FTGI que apresentaram menor estabilidade resistem menos ao tempo de amassamento, levando a degradação da rede de glúten em menor tempo.

Considerando o efeito linear significativo para as duas variáveis em estudo, foi observado que de acordo com a análise da regressão (Apêndice B, Tabela 15), os dados

experimentais ajustaram-se ao modelo de segunda ordem (Apêndice B, Tabela 17), com coeficiente de determinação (R^2) de 0,74, mostrando-se adequado para explicar a variação total da resposta.

Os resultados dos efeitos encontrados pelo ensaio de promilografia demonstrou que, as alterações causadas nos parâmetros de propriedades de massa foram causados, em sua maioria pela presença das fibras, não considerando os efeitos físicos e químicos de forma separada, mas sim considerando a relação entre os dois através da superfície de contato das partículas de FTGI, indicando a complexidade dos mesmos durante a formação de massa. Os efeitos que podem ser destacados nos parâmetros de propriedades de massa são a velocidade de reação para a formação de massa (devido à variação da superfície de contato da matriz da FTGI, levando em consideração interação entre os componentes da FTGI) e o tempo de atuação da enzima xilanase, que ficaram mais evidentes nos parâmetros TDM e ITM.

Além disso, perceberam-se comportamentos diferentes sobre a atuação da enzima xilanase com a variação do tamanho de partícula da FTGI. Seu efeito é mais perceptível nas FTGI com tamanhos de partículas menores, com atuação sobre as fibras e na agregação das proteínas formadoras da rede de glúten, prolongando seu desenvolvimento e diminuindo a estabilidade e a tolerância à mistura da massa.

As propriedades de extensão da massa indicam o comportamento viscoelástico da massa. A Tabela 7 apresenta as respostas de resistência à extensão e extensibilidade dos ensaios com as variáveis independentes tamanho de partícula da FTGI e concentração da enzima xilanase, enquanto que a Figura 6 representa a estimativa dos efeitos das variáveis.

Os valores para os efeitos de resistência à extensão foram significativos ($p < 0,05$) para a variável independente tamanho de partícula quadrático nos níveis e intervalos testados. Isso demonstra que o tamanho de partícula interferiu na resistência da massa, indicando um ponto de máximo na superfície de resposta para este parâmetro. De acordo com a análise da regressão, os dados experimentais se ajustaram ao modelo de segunda ordem, visto que $F_{\text{calculado}}$ (3,76) foi maior que F_{tabelado} (2,85). O coeficiente de determinação (0,54) foi baixo e não é adequado para explicar a variância total da resposta, apenas para o estudo da tendência de variação da resposta. Neste caso o ajuste do modelo de regressão seria necessário para ajustar os efeitos e eliminar possíveis interferências entre as variáveis, deixando mais claro a significância apresentada.

Ensaio	X ₁	X ₂	Resistência à extensão (g)	Extensibilidade (mm)
1	158 (FF)	2,0	28,13 ± 0,07	19,23 ± 0,08
2	363 (FG)	2,0	27,30 ± 0,31	22,65 ± 0,08
3	158 (FF)	10,0	23,72 ± 0,07	16,63 ± 0,46
4	363 (FG)	10,0	19,87 ± 0,07	17,66 ± 0,91
5	116 (FUF)	6,0	7,21 ± 0,07	15,61 ± 1,83
6	406 (FUG)	6,0	20,42 ± 0,70	21,02 ± 0,28
7	261 (FM)	0,36	28,73 ± 0,62	18,65 ± 0,18
8	261 (FM)	11,64	22,29 ± 0,07	20,49 ± 0,10
9	261 (FM)	6,0	28,90 ± 0,47	19,55 ± 0,42
10	261 (FM)	6,0	29,17 ± 0,15	18,53 ± 0,44
11	261 (FM)	6,0	28,29 ± 0,31	19,05 ± 0,05

Tabela 7 – Valores experimentais das determinações de propriedades de resistência à extensão e extensibilidade da massa de amostras de farinha de trigo de grão inteiro com diferentes tamanhos de partícula e concentrações de enzima xilanase. X₁ = Tamanho de partícula (μm); X₂ = Concentração da enzima xilanase (g/ 100 kg de FTGI). FUF: Farinha ultrafina. FF: Farinha fina. FM: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa.

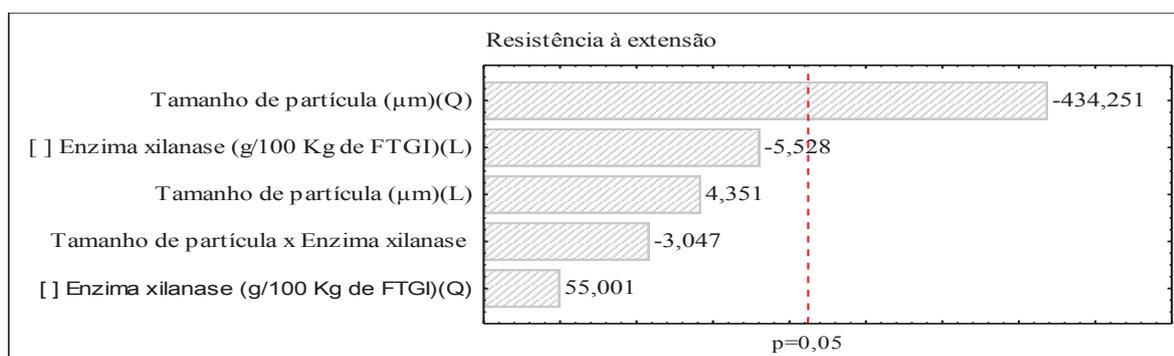


Figura 6 – Representação da estimativa dos efeitos das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para resistência à extensão da massa. L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. p: Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade para as barras que ultrapassam a direita da alinha vermelha (p<0,05). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro.

Para a resistência a extensão pode ser destacado o tamanho de partícula da amostra FM que apresentou melhor característica de qualidade da massa elaborada, sendo que, as amostras FUF e FF não são favoráveis. Bressiani (2016) indicou o mesmo comportamento para FTGI com tamanhos de partículas variados, no qual o tamanho médio de partícula também foi indicado como ideal para formação de massa.

Os efeitos das variáveis para a extensibilidade da massa (Figura 7) apresentou significância (p<0,05) para todos os parâmetros, exceto para a concentração da enzima xilanase (Q). A massa apresenta característica mais viscosa, quando são combinados maiores tamanhos de partícula e concentrações de enzima. O efeito de aumento na extensibilidade da massa quando maiores concentrações de enzima xilanase foram utilizadas, foi devido ao tempo de realização da análise, que possibilitou maior tempo para a atuação da enzima, e a

forma de atuação da mesma. A massa preparada com os níveis de concentração de enzima mais elevados causaram maiores reações de redução entre as ligações sulfídricas, formado sulfidrilas livres e maior deformação da massa (STEFFOLANI et al., 2010).

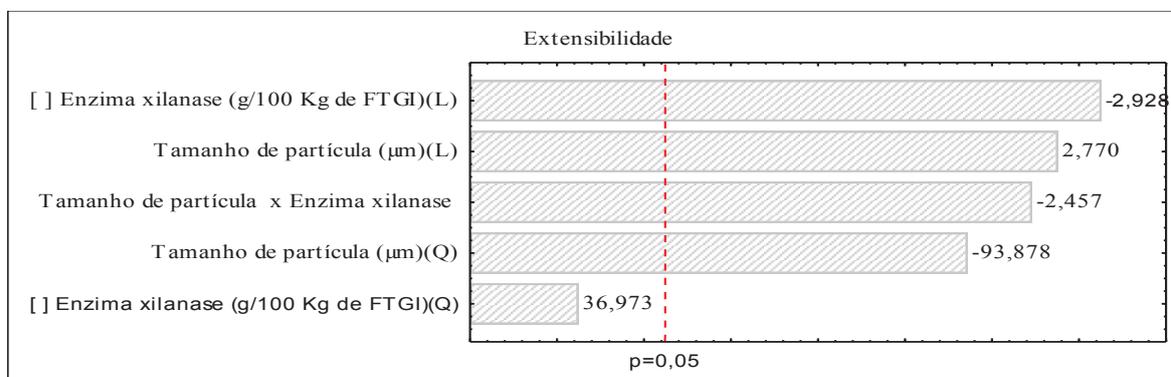


Figura 7 – Representação da estimativa dos efeitos das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para a extensibilidade da massa. L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. p: Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade para as barras que ultrapassam a direita da alinha vermelha ($p < 0,05$). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro.

O efeito de interação entre as variáveis deste estudo para a extensibilidade da massa pode ser explicada pela ação da enzima xilanase sobre a matriz da FTGI. Nas amostras de tamanho de partículas menores todos os componentes da FTGI estão mais expostos e isto permitiu que a enzima tivesse maior acesso as fibras que são o substrato para as reações de degradação dos arabinoxilanos, e ainda, a rede de glúten sofreu a ação da enzima xilanase com a degradação das ligações sulfídricas. Estas reações causaram menor extensibilidade da massa.

Considerando as variáveis com efeito significativo, foi realizada a análise de regressão (Apêndice B, Tabela 15), em que os dados experimentais ajustaram-se ao modelo de segunda ordem (Apêndice B, Tabela 17) e o mesmo foi utilizado para gerar a superfície de resposta.

As FTGI quando submetidas a análises de resistência à extensão e extensibilidade, apresentaram valores mais altos para o tamanho de partícula da FTGI média, e quando o tamanho de partícula diminuiu ou aumentou a partir da FM as propriedades de extensão foram prejudicadas. Esta tendência é indicada pelo efeito negativo das fibras sobre a formação da rede de glúten, sendo através da diluição da proteína do glúten ou interações da fibra e o glúten (WANG et al., 2003 e NOORT et al. de 2010).

Em todas as análises reológicas realizadas, uma grande variação entre os resultados foi encontrada. Isso deixa claro que os componentes da FTGI, em especial a fração da fibra, exercem efeito significativo sobre a formação de massa. De forma geral, as propriedades de

massa estudadas apresentaram em maior parte efeitos ligados a alteração nas interações das proteínas formadoras de glúten, sendo que na maioria das discussões ficou evidente a forte interferência das fibras no meio, através do tamanho de partícula e interações físico-químicas com a matriz da FTGI, que refletiram na qualidade tecnológica da farinha. Para a atuação da enzima xilanase muitos dos seus efeitos foram sobrepostos pela forte intensidade dos efeitos causados pelas fibras, demonstrando que sua atuação sobre o substrato também sofre modificações quando o tamanho de partícula da FTGI é variado. Foi possível constatar a partir das análises realizadas que a enzima teve maior afinidade de atuação sobre o substrato proteína, pois nas propriedades de mistura da massa a enzima apresentou comportamento inesperado para o parâmetro AA, possivelmente pela falta de atuação da enzima sobre os arabinosilanos.

3.6 Avaliação da qualidade tecnológica da farinha na elaboração de pães

As alterações reológicas observadas durante a formação de massa podem ser percebidas como dificuldades tecnológicas na manipulação e elaboração de alimentos, podendo causar alterações na qualidade do produto final, quando são utilizadas FTGI.

A Tabela 8 e a Figura 8 apresentam os dados e as estimativas dos efeitos das variáveis obtidas na avaliação das características tecnológicas dos pães de forma elaborados com as FTGI combinados com concentrações da enzima xilanase.

Ensaio	X ₁	X ₂	Volume específico (mL/g)	Firmeza (g)	Mastigabilidade (N)	Cor dos pães					
						Crosta			Miolo		
						L*	a*	b*	L*	a*	b*
1	158 (FF)	2,0	3,27±0,13	534,38±11,90	331,80±6,21	52,62±0,85	14,42±0,39	32,23±0,49	60,51±0,26	5,87±0,19	23,38±0,14
2	363 (FG)	2,0	3,24±0,00	445,69±3,58	246,05±1,28	56,62±0,37	11,72±0,14	28,47±0,26	64,17±0,19	5,14±0,03	21,78±0,15
3	158 (FF)	10,0	3,61±0,01	450,98±3,42	264,91±8,16	53,85±0,07	14,13±0,04	30,94±0,06	61,31±0,02	5,96±0,15	24,20±0,10
4	363 (FG)	10,0	3,47±0,10	483,02±2,95	261,81±1,17	56,06±0,23	12,02±0,03	28,31±0,13	64,29±0,33	5,09±0,11	21,91±0,30
5	116 (FUF)	6,0	3,12±0,01	473,77±3,73	263,68±3,55	54,87±0,91	12,91±0,51	32,04±0,04	60,33±0,08	6,05±0,13	24,68±0,38
6	406 (FUG)	6,0	3,28±0,12	242,39±0,38	154,28±1,77	55,92±0,17	11,32±0,41	27,04±0,51	65,56±1,77	4,74±0,18	21,63±0,02
7	261 (FM)	0,36	2,78±0,11	539,17±1,86	291,02±1,15	55,12±0,14	13,13±0,01	30,37±0,75	63,20±0,11	5,53±0,21	22,60±0,12
8	261 (FM)	11,6 ₄	3,33±0,01	324,63±7,08	194,83±1,25	55,25±0,19	12,59±0,09	29,12±0,07	62,48±0,13	5,68±0,01	23,15±0,02
9	261 (FM)	6,0	3,10±0,13	276,77±15,29	173,98±0,21	51,93±0,61	14,00±0,11	29,75±0,23	60,58±0,84	5,55±0,19	22,86±0,31
10	261 (FM)	6,0	3,40±0,11	280,48±0,07	159,02±1,75	52,53±0,02	13,33±0,05	28,62±0,03	61,09±0,12	5,63±0,04	23,08±0,14
11	261 (FM)	6,0	3,26±0,00	232,75±5,76	139,89±3,01	55,09±0,01	12,82±0,01	29,75±0,07	61,35±0,18	5,68±0,03	23,32±0,09

Tabela 8 – Valores experimentais das avaliações das características de qualidade tecnológicas de pães elaborados com farinha de trigo de grão inteiro com diferentes tamanhos de partícula e concentrações de enzima xilanase. X₁ = Tamanho de partícula (µm); X₂ = Concentração da enzima xilanase (g/ 100 kg de FTGI). FUF: Farinha ultrafina. FM: Farinha fina. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha média. FG: Farinha média. FG: Farinha grossa. FUG: Farinha ultragrossa.

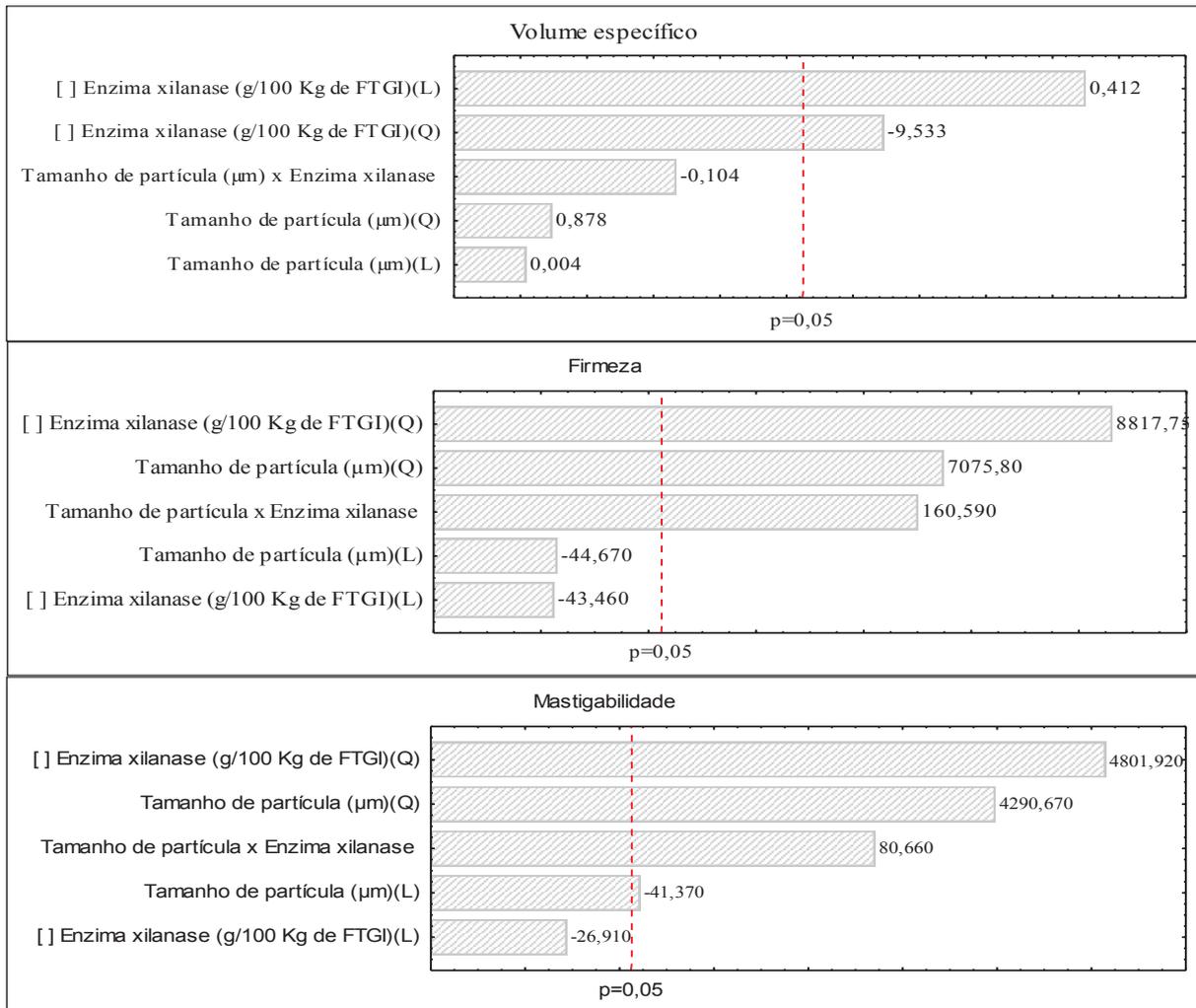


Figura 8 – Representação da estimativa dos efeitos das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para as características de qualidade volume, firmeza e mastigabilidade dos pães. L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. p: Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade para as barras que ultrapassam a direita da alinha vermelha ($p < 0,05$). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro.

Os efeitos estimados para a variável concentração de enzima xilanase demonstrou efeito significativo positivo, indicando o aumento no volume específico com o aumento da concentração de enzima, e ainda, indicação de ponto máximo para superfície de resposta no efeito quadrático.

De acordo com a análise da regressão (Apêndice B, Tabela 16), observou-se que os dados experimentais ajustaram-se ao modelo de segunda ordem, visto que $F_{\text{calculado}}$ (4,931) foi maior que F_{tabelado} (2,852), com coeficiente de determinação (R^2) de 0,606. O modelo matemático empírico de 2ª ordem obtido para variáveis significativas e não significativas está apresentado no Apêndice B, Tabela 17.

Os efeitos podem ser justificados pelas alterações que a enzima causou na massa. A maior extensibilidade com a presença da enzima facilitou o processo de fermentação, sendo

que os gases formados permitiram que a rede de glúten expandisse com maior facilidade elevando o volume dos pães, não apresentando efeitos de tamanho de partícula. Em concentrações acima e abaixo do pronto central, a massa apresentou os menores volumes, isso se deve a maior resistência à extensão apresentada em tamanhos de partículas menores e a superdoses da enzima em tamanhos de partículas mais grossos que enfraqueceu muito a massa. Resultados semelhantes foram encontrados por Steffolani et al. (2012) e Yang et al. (2014) que encontraram efeitos positivo sobre a capacidade de expansão da massa e volume do pão, em concentração de 8 g/ 100 kg para o estudo de Steffolani.

As relações discutidas acima influenciaram também nos parâmetros de firmeza e a mastigabilidade dos pães que apresentaram efeito estimados para a concentração de enzima e tamanho de partícula. De acordo com a análise da regressão (Apêndice B, Tabela 16), observou-se que os dados experimentais ajustaram-se aos modelos de segunda ordem (Apêndice B, Tabela 17).

Os resultados de volume específico e firmeza para os pães, demonstraram ainda, que os valores encontrados de atividade da enzima α -amilase e propriedades de pasta podem ter interferido no processo de fermentação do pão. Altas atividades da enzima α -amilase (abaixo de 250 s) foram encontradas nas FTGI neste estudo. Estas atividades podem ter causado elevadas taxa de hidrólise da fração amilácea, liberando grande quantidade de açúcar fermentescível no meio (STRUYF; VERSPREET; COURTIN, 2016), causando alta fermentação da massa e, conseqüente aumento da elasticidade. Desta forma, pode-se indicar que a amostra FM suporta altas atividades enzimáticas, não causando perdas significativas de qualidade. Já para as propriedades de pasta apresentou maior tendência à retrogradação nos tamanhos de partícula menores (FF e FUF). Estas observações podem ter indicado maiores taxas de alterações dos polímeros amiláceos a partir do estado amorfo para o estado cristalino mais organizado, resultando em valores maiores de firmeza e de mastigabilidade (GHOSHAL; SHIVHARE; BANERJEE, 2016).

Outros fatores que podem ter interferido na qualidade de formação da massa. A presença dos compostos fitoquímicos da fração de farelo são expostos nos tamanhos de partícula menor, interferindo nas ligações de dissulfeto (ZHU et al. 2010) que podem ter enfraquecido a massa. Mas muitos resultados ainda são controversos sobre a qualidade tecnológica de pães de forma utilizando diferentes tamanhos de partículas. Conforme Ahmed et al. (2013), farinhas com presença das fibras apresentam efeito negativo sobre a formação da rede de glúten, devido à diluição da proteína do glúten ou interações da fibra e outros compostos com o glúten (WANG et al., 2003 e NOORT et al. de 2010). Nandeesh et al.

(2011) relataram que a adição de farelo de trigo em farinha resultou em uma massa mais rígida que apresentou menor extensibilidade e maior resistência à extensão. No entanto, Wang et al. (2016) indicaram que FTGI com partículas menores tiveram menos interferência na formação de glúten, o que sugere, que a qualidade dos produtos pode ser melhorada por meio da redução tamanhos de partículas das matérias primas. Em sua maioria, os diferentes resultados são encontrados devido às variações nas características da matéria prima.

Para o perfil de coloração dos pães pode ser destacado (Tabela 10). Tamanhos de partículas maiores resultaram em pães com luminosidade maior sendo que a redução do tamanho de partícula não foi favorável para o aumento da luminosidade nos pães. A diferença de 291 μm da FTGIUF para FTGIUG, não apresentou melhora na luminosidade dos pães. Isso se relacionou com o grau de fragmentação das amostras. Quando o tamanho de partícula é menor (UF e FF) a fração de farelo está mais fragmentada e causou a diluição do endosperma amiláceo caracterizado pela coloração branca. No momento da incidência do feixe de luz as partículas de fibras absorveram mais a luz diminuindo a luminosidade dos pães.

A significância do tamanho de partícula para a luminosidade da crosta e miolo dos pães está confirmada na Figura 9, que apresenta a estimativa dos efeitos para o perfil colorimétrico dos pães.

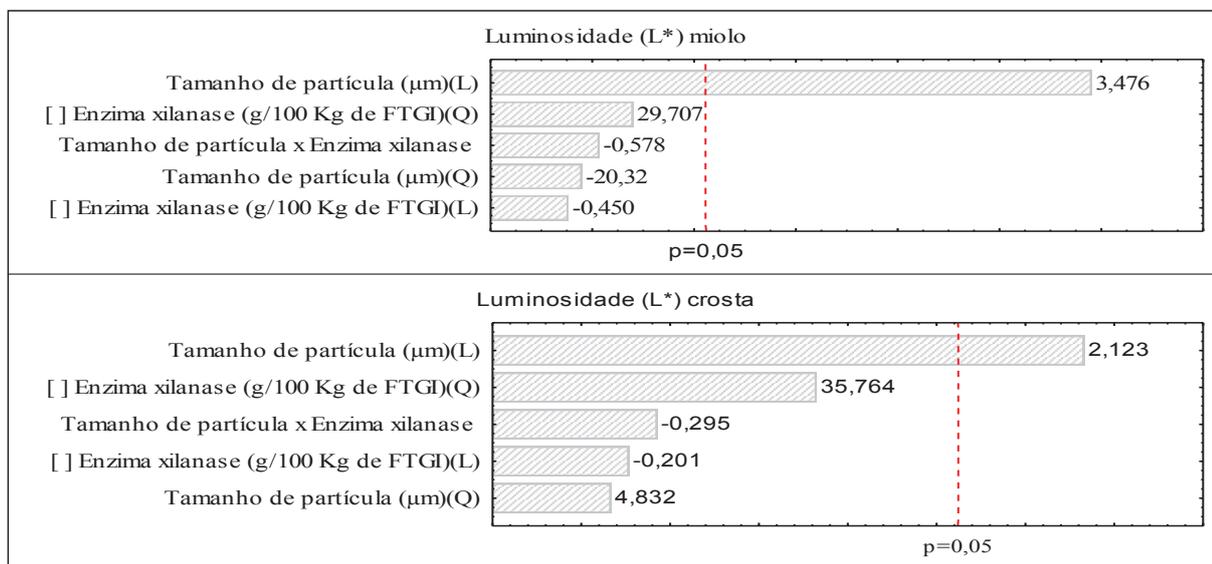


Figura 9 - Representação da estimativa dos efeitos das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para as características de coloração da crosta e miolo dos pães. L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. p: Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade para as barras que ultrapassam a direita da alinha vermelha ($p < 0,05$). FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro.

A atividade enzimática apresentada pelas amostras de FGI pode ter auxiliado nas alterações da coloração dos pães. As altas concentrações de enzima α -amilase podem ter intensificado a coloração do produto, pelo resultado da reação de *Maillard*, que ocorre entre a proteína e um carboidrato na presença de altas temperaturas (POSNER, 2009). Como a fermentação da massa de FGI tornou-se uma fonte rica destes componentes (principalmente maltoses), os pães elaborados com tamanho de partícula menor possibilitaram maior reação de hidrólise do amido, resultando na coloração mais escura.

Como os efeitos para a coloração dos pães não apresentaram grandes alterações para crosta e miolo, as superfícies de respostas não serão representadas. Mas de forma geral, a avaliação da qualidade tecnológica da farinha demonstrou a possibilidade de elaboração de pães com todos os tamanhos de partículas e concentrações de enzima xilanase, mas dentre os pães elaborados podemos destacar a FM combinados com enzima xilanase na concentração de 6,0 g/100 kg de FTGI. Nos resultados de volume específico, firmeza e mastigabilidade estas combinações apresentaram os melhores valores e as características ideais para pão de forma. Já para a luminosidade (L^*) os maiores resultados foram expressos para os maiores tamanhos de partícula.

4 Conclusões

Os resultados da caracterização físico-química das amostras de FTGI indicaram que a moagem industrial para elaboração de FGI manteve as características das amostras. Ainda, pode ser evidenciada a ocorrência de complexas interações físico-químicas entre os componentes da FTGI. As fibras tiveram efeito mais evidente e foram precursoras de várias interações, percebidas principalmente nas propriedades de pasta, formação da rede de glúten e nas propriedades de massa resultando nas principais alterações reológicas, que refletiram na qualidade tecnológica da farinha. Para a atuação da enzima xilanase muitos dos seus efeitos foram sobrepostos pela forte intensidade dos efeitos causados pelas fibras, demonstrando que sua atuação sobre o substrato também sofre modificações quando o tamanho de partícula da FTGI é variado. A partir deste estudo pode-se identificar a concentração ideal de 6,0 g/100 kg em combinação com o tamanho de partícula da FM. Esta combinação resultou nos melhores resultados para o volume específico e perfil de textura dos pães.

5 Agradecimentos

Às empresas SL alimentos e PROZIN pelo apoio e fornecimento das amostras de farinha de trigo de grão inteiro micronizadas e enzima xilanase que viabilizaram a realização do trabalho. Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), ao apoio financeiro e às bolsas de estudo e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Educação Superior (CAPES) para a bolsa de estudo.

Referências

AACC - AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS. **Approved Methods of Analysis**, 11^a.ed., 2010. AACC International, St. Paul, MN, U.S.A.

AHMED, J.; ALMUSALLAM, A. S.; AL-SALMAN, F.; ABDULRAHMAN, M. H.; AL-SALEM, E. Rheological properties of water insoluble date fiber incorporated wheat flour dough. **LWT-Food Science and Technology**, v. 51, n. 2, p. 409-416, 2013.

ANDERSSON, A. A.; DIMBERG, L.; ÅMAN, P.; LANDBERG, R. Recent findings on certain bioactive components in whole grain wheat and rye. **Journal of Cereal Science**, v. 59, n. 3, p. 294-311, 2014.

AWIKA, J. Effect of bioactive components on dough rheology, baking and extrusion. **Fruit and cereal bioactives: Sources, chemistry, and applications**, CRC Press, New York, p. 337-343, 2011.

BOITA, E. R.; ORO, T.; BRESSIANI, J.; SANTETTI, G. S.; BERTOLIN, T. E.; GUTKOSKI, L. C. Rheological properties of wheat flour dough and pan bread with wheat bran. **Journal of Cereal Science**, v. 71, p. 177-182, 2016.

BOCK, J. E.; CONNELLY, R. K.; DAMODARAN, S. Impact of bran addition on water properties and gluten secondary structure in wheat flour doughs studied by attenuated total reflectance Fourier transform infrared spectroscopy. **FOCUS**, v. 90, n. 4, p. 377-386, 2013.

BLIGH, E. G.; DYER, W. J. A rapid method of total lipid extraction and purification. **Canadian journal of biochemistry and physiology**, v. 37, n. 8, p. 911-917, 1959.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Resolução Normativa n. 8, de 02 de junho de 2005. Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade da Farinha de Trigo. **Diário Oficial da União**, Brasília/DF, 3 jun. 2005.

BRESSIANI, J. **Qualidade da farinha de trigo de grão inteiro em resposta a influência de diferentes tamanhos de partículas** Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de alimentos), Universidade de Passo Fundo, Passo Fundo/RS, 2016.

CAI, L.; CHOI, I.; HYUN, J. N.; JEONG, Y. K.; BAIK, B. K. Influence of bran particle size on bread-baking quality of whole grain wheat flour and starch retrogradation. **Cereal Chemistry**, v. 91, n. 1, p. 65-71, 2014.

CODINĂ, G. G.; LEAHU, A. The improvement of the quality of wheat flour with a lower content of α -amylase through the addition of different enzymatic products. **Lucrări Științifice-Universitatea de Științe Agricole și Medicină Veterinară Iași, seria Agronomie**, v. 52, p. 629-635, 2009.

DORDEVIC, T. M.; SILER-MARINKOVIC, S. S.; DIMITRIJEVIC-BRANKOVIC, S. I. Effect of fermentation on antioxidant properties of some cereals and pseudo cereals. **Food Chemistry**, v. 119, n. 3, p. 957-963, 2010.

FROLICH, W.; AMAN, P.; TETENS, I. Whole grain foods and health—a Scandinavian perspective. *Food & nutrition research*, v. 57, 2013.

GHOSHAL, G.; SHIVHARE, U. S.; BANERJEE, U. C. Thermo-mechanical and Micro-structural Properties of Xylanase Containing Whole Wheat Bread. **Food Science and Human Wellness**, 2016.

HONGSPRABHAS, Parichat; ISRAKARN, Kamolwan; RATTANAWATTANAPRAKIT, Chantana. Architectural changes of heated mungbean, rice and cassava starch granules: Effects of hydrocolloids and protein-containing envelope. **Carbohydrate Polymers**, v. 67, n. 4, p. 614-622, 2007.

JAEKEL; L. Z., SILVA; C. B. D.; STEEL, C. J.; CHANG, Y. K. Influence of xylanase addition on the characteristics of loaf bread prepared with white flour or whole grain wheat flour. **Food Science and Technology (Campinas)**, v. 32, n. 4, p. 844-849, 2012.

KIEFFER, R.; WIESER, H.; HENDERSON, M. H.; GRAVELAND, A. Correlations of the breadmaking performance of wheat flour with rheological measurements on a micro-scale. **Journal of Cereal Science**, v. 27, n. 1, p. 53-60, 1998.

LE BLEIS, F.; CHAUNIER, L.; CHIRON, H.; DELLA VALLE, G.; SAULNIER, L. Rheological properties of wheat flour dough and French bread enriched with wheat bran. **Journal of Cereal Science**, v. 65, p. 167-174, 2015.

LIU, C. M.; LIANG, R. H.; DAI, T. T.; YE, J. P.; ZENG, Z. C.; LUO, S. J.; CHEN, J. Effect of dynamic high pressure microfluidization modified insoluble dietary fiber on gelatinization and rheology of rice starch. **Food Hydrocolloids**, v. 57, p. 55-61, 2016.

MELLADO, M. Z. **El trigo en Chile**. INIA n° 121. 684 p. Instituto de investigaciones agropecuarias. Chillá, Chile, 2006.

NANDEESH, K.; JYOTSNA, R.; VENKATESWARA RAO, G. Effect of differently treated wheat bran on rheology, microstructure and quality characteristics of soft dough biscuits. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 35, n. 2, p. 179-200, 2011.

NAWROCKA, A.; SZYMAŃSKA-CHARGOT, M., MIŚ, A.; PTASZYŃSKA, A. A.; KOWALSKI, R.; WAŚKO, P.; GRUSZECKI, W. I. Influence of dietary fibre on gluten proteins structure—a study on model flour with application of FT-Raman spectroscopy. **Journal of Raman Spectroscopy**, v. 46, n. 3, p. 309-316, 2015.

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

OKARTER, N.; LIU, R.H. Health benefits of whole grain phytochemicals. **Critical reviews in food science and nutrition**, v. 50, n. 3, p. 193-208, 2010.

OLIVEIRA, D. S. **Aplicação de xilanase e/ou ciclodextrina glicosiltransferase (CGTase) na produção de pães**. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Alimentos) – Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos, Universidade “Júlio de Mesquita Filho”, São José do Rio Preto-SP, 2010.

ORO, T. **Adaptação de métodos para avaliação da qualidade tecnológica de farinha de trigo integral**. Tese (Doutorado em Ciência dos Alimentos) – Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2013.

ORDAZ-ORTIZ, J. J.; SAULNIER, L. Structural variability of arabinoxylans from wheat flour. Comparison of water-extractable and xylanase-extractable arabinoxylans. **Journal of Cereal Science**, v. 42, n. 1, p. 119-125, 2005.

PERTEN. Disponível em: <www.perten.com> Acesso em: 21 de fevereiro de 2017.

POMERANZ, Y.; SHOGREN, M. D.; FINNEY, K. F.; BECHTEL, D. B. Fiber in breadmaking – Effects on functional properties. **Cereal Chemistry**, v. 54, n. 1, p. 25-41, 1977.

POSNER, E. S. **Wheat flour milling**. Wheat chemistry and technology (4th Ed.), AACC International, St Paul, MN, USA, 2009, p. 119-152.

PRIMO-MARTÍN, C.; WANG, M.; LICHTENDONK, W.J.; PLIJTER, J.J.; HAMER, R.J. An explanation for the combined effect of xylanase - glucose oxidase in dough systems. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 85, Iss 7, p. 1186- 1196, 2005.

ROOZENDAAL, H.; ABU-HARDAN, M.; FRAZIER, R. A. Thermogravimetric analysis of water release from wheat flour and wheat bran suspensions. **Journal of Food Engineering**, v. 111, n. 4, p. 606-611, 2012.

SIVAM, A. S.; SUN-WATERHOUSE, D.; PERERA, C. O.; WATERHOUSE, G. I. N. Application of FT-IR and Raman spectroscopy for the study of biopolymers in breads fortified with fibre and polyphenols. **Food Research International**, v. 50, n. 2, p. 574-585, 2013.

SIVAM, A. S.; SUN-WATERHOUSE, D.; PERERA, C. O.; WATERHOUSE, G. I. N. Exploring the interactions between blackcurrant polyphenols, pectin and wheat biopolymers in model breads; a FTIR and HPLC investigation. **Food Chemistry**, v.131(3), p. 802-810, 2012.

STEFFOLANI, M. E.; RIBOTTA, P. D.; PÉREZ, G. T.; LEÓN, A. E. Effect of glucose oxidase, transglutaminase, and pentosanase on wheat proteins: Relationship with dough properties and bread-making quality. **Journal of cereal science**, v. 51, n. 3, p. 366-373, 2010.

STRUYF, N.; VERSPREET, J.; COURTIN, C. M. The effect of amylolytic activity and substrate availability on sugar release in non-yeasted dough. **Journal of Cereal Science**, v. 69, p. 111-118, 2016.

WANG, M.; OUDGENOEG, G.; VAN VLIET, T.; HAMER, R. J. Interaction of water unextractable solids with gluten protein: effect on dough properties and gluten quality. **Journal of Cereal Science**, v. 38, n. 1, p. 95-104, 2003.

WANG, M.; VAN VLIET, T.; HAMER, R. J. Evidence that pentosans and xylanase affect the re-agglomeration of the gluten network. **Journal of cereal science**, v. 39, n. 3, p. 341-349, 2004.

WANG, N.; HOU, G. G.; KWEON, M.; LEE, B. Effects of particle size on the properties of whole-grain soft wheat flour and its cracker baking performance. **Journal of Cereal Science**, v. 69, p. 187-193, 2016.

WEAVER, G. L. A miller's perspective on the impact of health claims. **Nutrition Today**, v. 36, n. 3, p. 115-118, 2001.

WIESER, H. Chemistry of gluten proteins. **Food microbiology**, v. 24, n. 2, p. 115-119, 2007.

YANG, T.; BAI, Y.; WU, F.; YANG, N.; ZHANG, Y.; BASHARI, M.; JIN, Z.; XU, X. Combined effects of glucose oxidase, papain and xylanase on browning inhibition and characteristics of fresh whole wheat dough. **Journal of Cereal Science**, v. 60, n. 1, p. 249-254, 2014.

YU, J.; WANG, S.; WANG, J., LI, C.; XIN, Q.; HUANG, W.; WANG, S. Effect of laboratory milling on properties of starches isolated from different flour millstreams of hard and soft wheat. **Food chemistry**, 172, 504-514, 2015.

ZHU, K.; HUANG, S.; PENG, W.; QIAN, H.; ZHOU, H. Effect of ultrafine grinding on hydration and antioxidant properties of wheat bran dietary fiber. **Food Research International**, 43, n. 4, p. 934-938, 2010.

APÊNDICE B – Tabelas com as estimativas dos efeitos das variáveis e representações dos modelos matemáticos empíricos de 2ª ordem

Tabela 12 - Estimativa dos efeitos das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para as os parâmetros de propriedades de mistura da massa e propriedades de resistência à extensão e extensibilidade

Fator	Propriedades de mistura da massa							
	AA (%)		E (min)		TDM (min)		ITM (UF)	
	Efeitos	P	Efeitos	P	Efeitos	P	Efeitos	P
Média	-3,855	0,474 NS	-19,681	0,150 NS	29,424	0,225 NS	-112,933	0,634 NS
Tamanho de partícula (µm) (L)	-5,713	<0,000*	-1,926	<0,000*	-1,841	0,030 *	21,132	0,014 *
Tamanho de partícula (µm) (Q)	142,293	<0,000*	26,562	0,130 NS	11,662	0,701 NS	220,107	0,470 NS
Enzima xilanase (g/100 kg de FTGI) (L)	0,908	<0,000 *	-1,091	0,022 *	-0,015	0,984 NS	21,606	0,013 *
Enzima xilanase (g/100 kg de FTGI) (Q)	-2,821	0,660 NS	32,163	0,055 NS	-51,209	0,085 NS	184,005	0,518 NS
Tamanho de partícula (µm) x Enzima xilanase (g/100 kg de FTGI)	0,442	0,014 *	0,820	0,055 NS	0,375	0,605 NS	-8,019	0,276 NS

Fator	Propriedades de resistência à extensão e extensibilidade					
	Resistência à extensão (g)		Extensibilidade (mm)			
	Efeitos	P	Efeitos	P		
Média	211,571	0,035 *	47,432	0,023 *		
Tamanho de partícula (µm) (L)	4,351	0,174 NS	2,770	<0,000 *		
Tamanho de partícula (µm) (Q)	-434,251	0,001 *	-93,878	0,001 *		
Enzima xilanase (g/100 kg de FTGI) (L)	-5,528	0,089 NS	-2,928	<0,000 *		
Enzima xilanase (g/100 kg de FTGI) (Q)	55,001	0,624 NS	36,973	0,124 NS		
Tamanho de partícula (µm) x Enzima xilanase (g/100 kg de FTGI)	-3,047	0,294 NS	-2,457	0,001 *		

L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. P: *Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade (p<0,05). NS: Não significativo. AA: Absorção de água. E: Estabilidade da massa. TDM: Tempo de desenvolvimento da massa. ITM: Índice de tolerância a mistura. UF: Unidades farinográficas. FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

Tabela 13 - Estimativa dos efeitos das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para o perfil de textura dos pães

Fator	Volume específico (mL/g)		Firmeza (g)		Mastigabilidade (N)	
	Efeitos	P	Efeitos	P	Efeitos	P
Média	7,638	0,018*	-7501,57	<0,000*	-4291,450	<0,000*
Tamanho de partícula (µm) (L)	0,004	0,966NS	-44,670	0,266NS	-41,370	0,041*
Tamanho de partícula (µm) (Q)	0,878	0,816NS	7075,80	<0,000*	4290,670	<0,000*
Enzima xilanase (g/100 kg de FTGI) (L)	0,412	0,001*	-43,460	0,279NS	-26,910	0,168NS
Enzima xilanase (g/100 kg de FTGI) (Q)	-9,533	0,014*	8817,750	<0,000*	4801,920	<0,000*
Tamanho de partícula (µm) x Enzima xilanase (g/100 kg de FTGI)	-0,104	0,258NS	160,590	<0,000*	80,660	<0,000*

L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. P: *Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade (p<0,05). NS: Não significativo. FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

Tabela 14 - Estimativa dos efeitos das variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase para as características de coloração interna e externados pães

Fator	Cor dos pães											
	Crosta						Miolo					
	L*		a*		b*		L*		a*		b*	
Efeitos	P	Efeitos	P	Efeitos	P	Efeitos	P	Efeitos	P	Efeitos	P	
Média	34,955	0,140NS	2,788	0,818NS	42,977	0,007*	58,385	0,004*	-1,101	0,768NS	9,120	0,235NS
Tamanho de partícula (µm) (L)	2,123	0,012*	-1,841	0,001*	-3,379	<0,000*	3,476	<0,000*	-0,906	<0,000*	-2,314	<0,000*
Tamanho de partícula (µm) (Q)	4,832	0,869NS	15,511	0,325NS	92,916	<0,000*	-20,32	0,382NS	10,713	0,037*	39,322	0,001*
Enzima xilanase (g/100 kg de FTGI) (L)	-0,201	0,791NS	0,190	0,638NS	-0,420	0,377NS	-0,450	0,455NS	0,124	0,325NS	0,607	0,025*
Enzima xilanase (g/100 kg de FTGI) (Q)	35,764	0,204NS	4,202	0,773NS	52,139	0,006*	29,707	0,180NS	2,352	0,601NS	-12,10	0,190NS
Tamanho de partícula (µm) x Enzima xilanase (g/100 kg de FTGI)	-0,295	0,674NS	0,393	0,297NS	1,298	0,00*	-0,578	0,300NS	0,092	0,421NS	0,063	0,782NS

L: Efeito linear. Q: Efeito quadrático. P: *Efeitos significativos ao nível de 5% de probabilidade (p<0,05). NS: Não significativo. FTGI: Farinha de trigo de grão inteiro. L*: Luminosidade. a*: Coordenada de comaticidade -a* verde a +a* vermelho. b*: Coordenada de comaticidade -b* azul a +b* amarelo. Fonte: Elaborado pelo autor (2017).

Tabela 15 - Análise de variância para os parâmetros de propriedades de mistura da massa e resistência à extensão e extensibilidade envolvendo as variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase

	GL	SQ	MQ	F _{calculado}	F _{tabelado}	R ²
Absorção de água (%)						
Regressão	5	95,619	19,124	234,487	2,852	0,986
Resíduo	16	1,304	0,081			
Erro	16	1,304				
Total	21	96,924				
Estabilidade (min)						
Regressão	5	22,926	4,585	9,166	2,852	0,741
Resíduo	16	8,003	0,500			
Erro	16	8,003				
Total	21	30,929				
TDM (min)						
Regressão	5	27,363	5,472	3,413	2,852	0,516
Resíduo	16	25,648	1,603			
Erro	16	25,648				
Total	21	53,011				
ITM (UF)						
Regressão	5	7602,735	1520,547	9,504	2,852	0,748
Resíduo	16	2559,86	159,991			
Erro	16	2559,86				
Total	21	10162,59				
Resistencia à extensão (g)						
Regressão	5	470,374	94,075	3,768	2,852	0,540
Resíduo	16	399,378	24,961			
Erro	16	399,378				
Total	21	869,753				
Extensibilidade (mm)						
Regressão	5	66,246	13,249	12,429	2,852	0,795
Resíduo	16	17,054	1,065			
Erro	16	17,054				
Total	21	83,301				

GL: Graus de liberdade. SQ: Soma de quadrados. QM: Quadrado médio (QM=SQ/GL). Valor F: Teste de Fisher; R²: Coeficiente de determinação (%). UF: Unidades farinográficas

Tabela 16 - Análise de variância para o perfil de textura e coloração interna e externa dos pães envolvendo as variáveis tamanho de partícula e concentração de enzima xilanase

	GL	SQ	MQ	F _{calculado}	F _{tabelado}	R ²
Volume específico (mL/g)						
Regressão	5	0,617	0,123	4,931	2,852	0,606
Resíduo	16	0,400	0,025			
Erro	16	0,400				
Total	21	1,018				
Firmeza (g)						
Regressão	5	218680,4	43736,072	10,900	2,852	0,773
Resíduo	16	64199,2	4012,452			
Erro	16	64199,2				
Total	21	282879,6				
Mastigabilidade (N)						
Regressão	5	66835,90	13367,172	14,422	2,852	0,818
Resíduo	16	14829,05	926,815			
Erro	16	14829,05				
Total	21	81664,91				
Luminosidade da crosta (L*)						
Regressão	5	27,907	5,581	3,723	2,852	0,537
Resíduo	16	23,983	1,498			
Erro	16	23,983				
Total	21	51,890				
Coordenada de cromaticidade a* da crosta						
Regressão	5	13,849	2,769	6,565	2,852	0,672
Resíduo	16	6,750	0,421			
Erro	16	6,750				
Total	21	20,600				
Coordenada de cromaticidade b* da crosta						
Regressão	5	43,817	8,763	15,345	2,852	0,827
Resíduo	16	9,137	0,571			
Erro	16	9,137				
Total	21	52,954				
Luminosidade do miolo (L*)						
Regressão	5	54,006	10,801	11,704	2,852	0,785
Resíduo	16	14,765	0,922			
Erro	16	14,765				
Total	21	68,772				
Coordenada de cromaticidade a* do miolo						
Regressão	5	2,778	0,555	13,883	2,852	0,812
Resíduo	16	0,640	0,040			
Erro	16	0,640				
Total	21	3,419				
Coordenada de romaticidade b* do miolo						
Regressão	5	16,308	3,261	20,260	2,852	0,863
Resíduo	16	2,575	0,160			
Erro	16	2,575				
Total	21	18,88				

GL: Graus de liberdade. SQ: Soma de quadrados. QM: Quadrado médio (QM=SQ/GL). Valor F: Teste de Fisher; R²: Coeficiente de determinação (%). UF: Unidades farinográficas.

Tabela 17 - Representação do modelo matemático empírico de 2ª ordem obtido para as respostas do estudo de propriedades de massa e avaliação tecnológica da FTGI

Variáveis de respostas	Coefficiente de determinação
Absorção de água = $73,654 - 2,596 \cdot TP + 0,023 \cdot TP^2 + 0,058 \cdot E - 0,001 \cdot E^2 + 0,0001 \cdot TPxE$	$R^2 = 0,986$
Estabilidade = $10,460 - 0,499 \cdot TP + 0,004 \cdot TP^2 - 0,630 \cdot E + 0,006 \cdot E^2 + 0,0001 \cdot TPxE$	$R^2 = 0,741$
Tempo de desenvolvimento da massa = $11,516 - 0,228 \cdot TP + 0,001 \cdot TP^2 + 0,971 \cdot E - 0,00965 \cdot E^2 + 0,0001 \cdot TPxE$	$R^2 = 0,516$
Índice de tolerância à mistura = $56,791 - 3,665 \cdot TP + 0,036 \cdot TP^2 - 3,217 \cdot E + 0,034 \cdot E^2 - 0,001 \cdot TPxE$	$R^2 = 0,748$
Resistência à extensão = $27,82 + 7,818 \cdot TP - 0,071 \cdot TP^2 - 1,071 \cdot E + 0,010 \cdot E^2 - 0,001 \cdot TPxE$	$R^2 = 0,540$
Extensibilidade = $18,852 + 1,722 \cdot TP - 0,015 \cdot TP^2 - 0,709 \cdot E + 0,00697 \cdot E^2 - 0,0004 \cdot TPxE$	$R^2 = 0,795$
Volume específico = $3,224 - 0,014 \cdot TP + 0,0001 \cdot TP^2 + 0,186 \cdot E - 0,002 \cdot E^2 - 0,00002 \cdot TPxE$	$R^2 = 0,606$
Firmeza = $268,709 - 128,150 \cdot TP + 1,170 \cdot TP^2 - 169,847 \cdot E + 1,662 \cdot E^2 + 0,028 \cdot TPxE$	$R^2 = 0,773$
Mastigabilidade = $157,546 - 77,689 \cdot TP + 0,709 \cdot TP^2 - 92,460 \cdot E + 0,905 \cdot E^2 + 0,014 \cdot TPxE$	$R^2 = 0,818$
Luminosidade da crosta = $53,393 - 0,064 \cdot TP + 0,001 \cdot TP^2 - 0,680 \cdot E + 0,006 \cdot E^2 - 0,0001 \cdot TPxE$	$R^2 = 0,537$
Coordenada de cromaticidade a * da crosta = $13,284 - 0,297 \cdot TP + 0,002 \cdot TP^2 - 0,081 \cdot E + 0,001 \cdot E^2 + 0,0001 \cdot TPxE$	$R^2 = 0,672$
Coordenada de cromaticidade b * da crosta = $29,363 - 1,700 \cdot TP + 0,015 \cdot TP^2 - 1,009 \cdot E + 0,009 \cdot E^2 + 0,0002 \cdot TPxE$	$R^2 = 0,827$
Luminosidade do miolo = $61,109 + 0,399 \cdot TP - 0,003 \cdot TP^2 - 0,564 \cdot E + 0,006 \cdot E^2 - 0,0001 \cdot TPxE$	$R^2 = 0,785$
Coordenada de cromaticidade a * do miolo = $5,621 - 0,200 \cdot TP + 0,002 \cdot TP^2 - 0,044 \cdot E + 0,0004 \cdot E^2 + 0,00002 \cdot TPxE$	$R^2 = 0,812$
Coordenada de cromaticidade b * do miolo = $23,124 - 0,723 \cdot TP + 0,006 \cdot TP^2 + 0,235 \cdot E + -0,0002 \cdot E^2 + 0,00001 \cdot TPxE$	$R^2 = 0,863$

TP: Tamanho de partícula (μm). E: concentração de enzima (g/100Kg de FTGI). Valores com efeito significativos estão representados em **negrito**. Os demais valores não apresentaram efeitos ao nível de 95% de confiança.