

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA AGRÍCOLA

**EFEITOS DA TEMPERATURA, PRESSÃO E TAXA DE
CISALHAMENTO SOBRE A VIABILIDADE DE ESPORO
TERMODÚRICO DURANTE A EXTRUSÃO DE ALIMENTOS
PARA ANIMAIS**

MARCOS FRAIHA

CAMPINAS
OUTUBRO DE 2008

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA AGRÍCOLA

**EFEITOS DA TEMPERATURA, PRESSÃO E TAXA DE
CISALHAMENTO SOBRE A VIABILIDADE DE ESPORO
TERMODÚRICO DURANTE A EXTRUSÃO DE ALIMENTOS
PARA ANIMAIS**

Tese submetida à banca examinadora para
obtenção do título de Doutor em Engenharia
Agrícola na área de concentração em
Tecnologia Pós-Colheita

MARCOS FRAIHA

Médico Veterinário, Mestre em Zootecnia

Orientador: Prof Dr JOÃO DOMINGOS BIAGI

Co-orientador: Prof Dr ANTONIO CARLOS DE OLIVEIRA FERRAZ

CAMPINAS
OUTUBRO DE 2008

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA E ARQUITETURA - BAE - UNICAMP

F482e	<p>Fraiha, Marcos</p> <p>Efeitos da temperatura, pressão e taxa de cisalhamento sobre a viabilidade de esporo termodúrico durante a extrusão de alimentos para animais / Marcos Fraiha. --Campinas, SP: [s.n.], 2008.</p> <p>Orientadores: João Domingos Biagi, Antonio Carlos de Oliveira Ferraz.</p> <p>Tese de Doutorado - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Agrícola.</p> <p>1. Bacteriologia. 2. Pasteurização. 3. Materiais - Propriedades mecânicas. I. Biagi, João Domingos. II. Ferraz, Antonio Carlos de Oliveira. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Agrícola. IV. Título.</p>
-------	-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

Titulo em Inglês: Heat, pressure and shear rate effects on the viability of thermoduric spores under feed extrusion

Palavras-chave em Inglês: Thermobacteriology, Pasteurization, Mechanical properties of materials

Área de concentração: Tecnologia Pós-Colheita

Titulação: Doutor em Engenharia Agrícola

Banca examinadora: Alfredo de Almeida Vitali, Carlos Wanderlei Piler de Carvalho, José Eduardo Butolo, Inácio Maria Dal Fabbro

Data da defesa: 29/10/2008

Programa de Pós Graduação: Engenharia Agrícola

Este exemplar corresponde à redação final da **Tese de Doutorado** defendida por **Marcos Fraiha**, aprovada pela Comissão Julgadora em 29 de outubro de 2008, na Faculdade de Engenharia Agrícola da Universidade Estadual de Campinas.



Prof. Dr. Antonio Carlos de Oliveira Ferraz – Presidente e Co-Orientador
Feagri/Unicamp



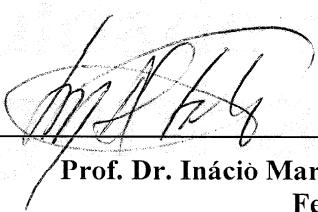
Dr. Carlos Wanderlei Piler de Carvalho - Membro Titular
EMBRAPA/CTAA



Dr. José Eduardo Butolo - Membro Titular
SUPREMAIS/Valinhos - SP




Dr. Alfredo Vitali - Membro Titular
ITAL/Campinas - SP



Prof. Dr. Inácio Maria Dal Fabbro - Membro Titular
Feagri/Unicamp

ERRATA: onde se lê "Alfredo Vitali", leia-se "Alfredo de Almeida Vitali"



Prof. Dr. DANIELLA JORGE DE MOURA
Coordenadora de Pós-Graduação
FEAGRI / UNICAMP
Matrícula 28667-4

Aos quatro Fraiha
e Simone

Esta obra é fruto do esforço e contribuição de várias pessoas e apoio de algumas entidades.

Agradeço a confiança e orientação dos professores doutores João Domingos Biagi e Antonio Carlos de Oliveira Ferraz, que investiram nas idéias e propostas que resultaram no presente trabalho.

Sou grato ao Eng. José Zílio, cujas visões me induziram, e quem me incentivou nesta empreitada.

Reconheço o valor das sugestões dos professores doutores Inácio Dal Fabbro, Cláudio Sverzut e Fernanda Collares, e doutores Cláudio Bellaver da Embrapa CNPSA, Carlos Piler da Embrapa CTAA e Alfredo Vitali do ITAL.

Agradeço ao Dr. Paulo Rela, do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares da USP, pela cessão dos tratamentos no irradiador de raios gama.

As ajudas recebidas de José Ricardo Fernandes Lagôa do Centro de Tecnologia da Unicamp, para os ensaios com a máquina universal de ensaios, e da Rosa Helena do Laboratório de Tecnologia Pós-Colheita, na condução dos experimentos de microbiologia, foram imprescindíveis

As participações da Faculdade de Engenharia Agrícola e Embrapa Agroindústria de Alimentos, disponibilizando recursos e estruturas, o financiamento da FAPESP e a bolsa de estudos do CNPq viabilizaram os projetos.

SUMÁRIO

Lista de figuras	vii
Lista de símbolos	ix
Resumo	xii
Abstract	xiv
Capítulo I - Introdução Geral	16
Capítulo II - Revisão bibliográfica	
1. Controle microbiológico de alimentos	20
2. Extrusoras como redutores de carga bacteriana em alimentos	22
3. Efeito da pressão hidrostática sobre a viabilidade celular	24
4. Conceito de "energia equivalente" no processo de extrusão	25
5. Funcionamento da extrusora	28
6. Reologia de materiais biológicos	34
7. Reometria	41
Capítulo III - Experimentos	
Seção 1 - Projeto e construção de reômetro capilar para caracterização de misturas de alimentos extrusados para animais	48
Seção 2 - Comportamento reológico de mistura de grãos de milho e soja para produção de rações	61
Seção 3 - Determinação dos parâmetros de destruição térmica de esporos de <i>Bacillus stearothermophilus</i> ATCC 7953	74
Seção 4- A tensão de cisalhamento reduz a viabilidade celular de esporos termodúricos	85
Seção 5 - Temperatura e configurações da matriz e rosca afetam as propriedades funcionais de milho e soja extrusados	101
Seção 6 - Efeitos da temperatura, pressão e taxa de cisalhamento sobre a viabilidade de esporos termodúricos durante a extrusão de alimentos para animais	131
Capítulo IV - Discussão Geral	156
Capítulo V - Conclusões Gerais	160
Referências bibliográficas	162
Anexos	175

LISTA DE FIGURAS

Capítulo II - Revisão bibliográfica

Figura 1. Escoamento plástico de Bingham	27
Figura 2. Segmentação da máquina extrusora	28
Figura 3. Constante k em função do desenho da matriz	29
Figura 4. Escoamentos da massa no extrusor monorosca	30
Figura 5. Dimensões da rosca	31
Figura 6. Canal retangular	33
Figura 7. Perfil de velocidade de escoamento da massa no extrusor	34
Figura 8. Cisalhamento simples	35
Figura 9. Classificação do comportamento reológico	40
Figura 10. Escoamentos viscométricos	43
Figura 11. Escoamento Poiseuille	43
Figura 12. Desenho esquemático do reômetro capilar	45

Capítulo III - Experimentos

Seção 1

Figura 1. Escoamentos viscométricos	51
Figura 2. Escoamento Poiseuille	52
Figura 3. Reômetro capilar	57
Figura 4. Curva de força com o reômetro vazio	57
Figura 5. Curva de força e deformação obtida no reômetro capilar	58
Figura 6. Curvas de força e deformação em função do grau de umidade	58

Seção 2

Figura 1. Escoamento de um fluido através de matriz capilar	63
Figura 2. Registro da força em função da deformação da amostra	65
Figura 3. Viscosidade estimada versus viscosidade observada	70
Figura 4. Escoamento Poiseuille	71
Figura 5. Perfil de velocidade do escoamento em função de r/R	71

Seção 3	
Figura 1. Curvas de destruição térmica de esporos em solução salina	79
Figura 2. Curva de resistência térmica de esporos em solução salina	79
Figura 3. Curvas de destruição térmica de esporos na ração	81
Figura 4. Curva de resistência térmica de esporos na ração	82
Figura 5. Micrografia dos esporos de <i>Bacillus stearothermophilus</i>	82
Seção 4	
Figura 1. Representação esquemática do reômetro capilar	89
Figura 2. Registro da força em função da deformação da amostra	90
Figura 3. Perfil e velocidade de escoamento em um tubo	93
Figura 4. Perfil de velocidade e tensão cisalhante no interior do capilar	94
Figura 5. Esporos de <i>Bacillus stearothermophilus</i>	96
Seção 5	
Figura 1. Canal retangular	105
Figura 2. Ilustração esquemática da extrusora	107
Figura 3. Matrizes utilizadas no experimento	108
Figura 4. Curva de recuperação do indicador do tempo de residência	117
Figura 5. Curva de viscosidade obtida no RVA	121
Figura 6. Curva de entalpia da amostra obtida no DSC	122
Figura 7. Comportamento do escoamento da massa no canal da rosca	124
Seção 6	
Figura 1. Ilustração esquemática da extrusora	135
Figura 2. Matrizes utilizadas no experimento	136
Figura 3. Curva de recuperação do indicador colorido	143
Figura 4. Comportamento do escoamento da massa na extrusora	146
Figura 5. Micrografia dos esporos	148
Anexos	
Figuras 1 a 5 - Desenhos do reômetro capilar	175

LISTA DE SÍMBOLOS

a_w - atividade de água
a - escala de cor (vermelho-verde)
b - escala de cor (amarelo - azul)
A - área, m^2
D - diâmetro da rosca, m
e - espessura da hélice da rosca, m
E(t) - tempo de residência, s
F - força, N
F(t) - quantidade acumulada de indicador do tempo de residência
h - altura da hélice da rosca, m
H - profundidade do canal da rosca, m
k - constante
K - coeficiente de consistência, $Pa.s^n$
L - comprimento, m
 \dot{m} - vazão da massa, g/s
n - índice do comportamento do escoamento
N - rotação do parafuso, rpm
N - número de esporos após o tratamento
 N_0 - número inicial de esporos
 N_{Re} - Número de Reynolds
 N_{De} - Número de Débora
r - raio até determinado ponto radial, m
R - raio total, m
P - pressão, Pa
q - transferência de calor, W/m^2
Q - escoamento volumétrico, m^3/s
t - tempo, s
t - extensão do passo, m
T - torque, N.m
T - temperatura, K ou $^{\circ}C$
 T_i - inésimo tratamento

U - umidade da massa, %

v - velocidade, m/s

W - potência, J/s

α - fator geométrico da rosca

β - fator geométrico da rosca

δ_{ij} - delta de Kronecker, $\delta_{ij} = 1$, se $i = j$; $\delta_{ij} = 0$, se $i \neq j$

Δ_{ij} - deformação específica, m

ΔH - variação da entalpia, J/g

γ - distorção, m

$\dot{\gamma}$ - taxa de cisalhamento, 1/s

E - somatório das fontes de calor na extrusora, J

μ - viscosidade newtoniana, Pa.s

η - viscosidade aparente, Pa.s

ρ - densidade, g/m³

τ - tensão cisalhante, Pa

σ - tensão total, Pa

ϕ - ângulo da hélice da rosca em relação ao eixo da rosca, grau

Ω - velocidade angular, rad/s

LISTA DE ABREVIACÕES

atm - atmosfera, unidade de pressão

DSC - calorimetria diferencial de varredura

FDA - fibra solúvel em detergente ácido, %

FDN - fibra solúvel em detergente neutro, %

IEL- índice de expansão longitudinal, %

IER - índice de expansão radial, %

IAA - índice de absorção de água, g/g

ISA - índice de solubilidade em água, %

MEV - microscopia eletrônica de varredura

MUE - máquina universal de ensaios

PA - massa da amostra, g

PRC - massa do resíduo centrifugado, g

PRE - massa do resíduo de evaporação, g

rpm - rotação por minuto

RVA - Analisador rápido de viscosidade

TP - tempo para pico de viscosidade determinado no RVA, cP

QV - quebra de viscosidade determinada no RVA, cP

TR - tendência à retrogradação determinada no RVA, cP

UFC - unidade formadora de colônia

bu - base úmida

RESUMO

O objetivo geral deste trabalho foi determinar os efeitos da taxa de cisalhamento, temperatura e pressão gerados no processo de extrusão de alimentos para animais sobre a viabilidade de esporos bacterianos. Baseado na fundamentação teórica de reologia de materiais, foi possível a construção de um reômetro fundamental utilizando materiais e operações simples de tornearia. Para caracterizar o comportamento reológico de alimentos para animais, uma mistura de grãos de milho e soja na proporção 70:30 (massa:massa) foi submetida ao reômetro capilar sob 3 níveis de temperatura e umidade da massa, e 4 taxas de cisalhamento aparente: 80, 120 e 160°C, 26,5±0,08; 30,4±0,31 e 33,4±0,05%; 30,4; 72,9; 304,3 e 728,6 s⁻¹ respectivamente. Diferentes taxas de deformação e dimensões da matriz foram utilizadas para obtenção das taxas de cisalhamento acima. Os efeitos de umidade e temperatura da massa, e taxa de cisalhamento sobre a mistura de milho e soja foram ajustados para uma expressão única (P<0.001, R² = 0.93): $\eta = 18.769,7(\dot{\gamma})^{-0,86} e^{(-9,34U + 935T)}$, onde $\dot{\gamma}$ é a taxa de cisalhamento, U é a teor de água na amostra e T é o inverso da temperatura na massa, em escala Kelvin. Como esperado, a mistura moída de milho e soja apresentou comportamento pseudoplástico. Outro experimento objetivou determinar os parâmetros de destruição térmica de esporos de *Bacillus stearothermophilus* ATCC 7953 e a estimativa de suas dimensões. Os valores de D_{121,1°C} e z para os esporos suspensos em solução salina foram 8,8 min e 12,8 °C, respectivamente. Para aqueles suspensos em mistura milho e soja, D_{121,1°C} e z foram 14,2 min e 23,7 °C, respectivamente. As micrografias indicaram que os esporos apresentam-se como bastonetes, homogêneos em forma e dimensão, cujos comprimento e diâmetro foram estimados em 2 e 1 µm, respectivamente. Outro experimento visou determinar o efeito da taxa de cisalhamento sobre a viabilidade de esporos de *B. stearothermophilus* sob escoamento viscométrico em reômetro capilar. Os esporos foram inoculados em mistura de milho e soja para contagem e umidade de 10⁶ UFC/5g, e 30,0±0,30%, respectivamente. As amostras foram submetidas às taxas de cisalhamento aparentes variando de 728,6 a 3.643,0 s⁻¹, sob 80°C. As contagens microbiológicas foram menores quando comparadas ao controle (P < 0,001). Baseados nos parâmetros termobacteriológicos dos esporos, a redução de viabilidade observada não pode ser explicada pelo efeito do calor isoladamente, e confirma a hipótese do

efeito do fenômeno mecânico sobre a redução celular. Outro trabalho visou determinar o efeito do calor, pressão e taxa de cisalhamento sobre a viabilidade de esporos termodúricos em ração animal submetida ao processo de extrusão. Os esporos foram semeados em mistura de grãos moídos de milho e soja, para contagem final de 10^6 UFC/5g e umidade de 30%, e submetidos ao processo em extrusora de rosca simples. A pressão estática não influenciou a viabilidade, porém temperatura e tensão cisalhante reduziram a viabilidade dos microorganismos. O percentual da redução da viabilidade dos microorganismos está diretamente relacionado ao volume de material submetido ao gradiente de velocidade de escoamento.

Palavras-chave: termobacteriologia, pasteurização, propriedades mecânicas de materiais

ABSTRACT

The overall objective of this thesis was to determine the effects of mass temperature, pressure and shear rate on the viability of bacterial spores. The first paper describes the design and construction of a capillary rheometer attached to an universal testing machine used to characterize feed ingredients. To characterize the rheological behavior of animal feed under viscometric flow, a 70:30 (mass:mass) mixture of ground corn and soybean grains was submitted to a capillary rheometer at 3 temperatures and moisture levels, and 4 shear rates: 80, 120 and 160 °C, 26.5±0.08; 30.4±0.31 and 33.4±0.05%; 30.4; 72.9; 304.3 and 728.6 s⁻¹ respectively. Based on experimental data, moisture content, mass temperature and shear rate effects on apparent shear viscosity of corn-soy mix were fitted to a single expression (P<0.001, R² = 0.93): $\eta = 18,769.7(\dot{\gamma})^{-0.86} e^{(-9.34U+935T)}$, where $\dot{\gamma}$ is the shear rate, U is the sample moisture and T is the sample reciprocal temperature in Kelvin scale. In order to determine thermobacteriological parameters for *B. stearothermophilus* spores, they were suspended in saline solution medium (0.85%, pH 6.7) and in ground corn-soy mix to a final count of 10⁶ CFU/mL and 10⁶ CFU/5g, respectively, distributed to TDT tubes and submitted to heat, from 100 to 126 °C, for a period of time varying from 0 to 40 min. D_{121,1°C} and z values for these spores, as determined in the saline solution, were 8.8 min and 12.8 °C, respectively. D_{121,1°C} and z values determined in the corn-soy mix were 14.2 min and 23.7 °C, respectively. The micrographs indicated that the spores are homogeneous in shape and size, which length and diameters are 2 and 1 µm, respectively. Another experiment aimed to determine shear effects on the viability of bacterial spores under viscometric flow. The spores were inoculated in the feed mixture to a final count of 10⁶ CFU/5g, and 30.0±0.30% moisture. Samples were submitted to apparent shear rates varying from 728.6 to 3,643.0 s⁻¹, at 80 °C in a capillary rheometer. Microbial counts were lower after treatments compared to control (P<0.001). A final work determined the heat, pressure and shear rate effects on the viability of the spores sowed into feed, submitted to extrusion. *Bacillus stearothermophilus* spores were sowed into corn and soy grain mixture to 10⁶ CFU/5g and moisture of 30%, and then submitted to the extrusion process in a single screw extruder. Static pressure had no effect, but heat and shear stress reduced microbial count. The higher shear rate due to rotational speed increase of screw

did not affect cell viability. It was concluded that static pressure level did not affect the viability of *Bacillus stearothermophilus* spores but heat and shear stress did. These conclusions indicated that the volume of feed under a velocity gradient during mass flow through the screw channel remained unchanged in the last case, what resulted in the same percentage of spores submitted to shear stress.

Key words: thermobacteriology, pasteurization, mechanical properties of materials

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO GERAL

Desde a década de 90 do século XX, alguns acontecimentos históricos mudaram os padrões de qualidade para comercialização de insumos agropecuários e alimentos entre os Países: a contaminação de rações por dioxina e os casos de Encefalite Espongiforme Bovina (“vaca louca”) na Europa, os atentados terroristas contra os Estados Unidos da América e países Europeus, e o surgimento da “gripe aviária” na Ásia. Também o crescimento da economia mundial possibilitou a expansão de demandas ditadas por hábitos alimentares bastante distintos aos ocidentais, como a Kosher e Hallal.

Este contexto trouxe uma nova expressão da noção de Segurança Alimentar. Tal consciência, no cidadão moderno, influenciou fortemente sua atitude como consumidor, e a consequência política, através das legislações recentes, garante que tal atitude trará alterações profundas e de longo prazo, já observadas nos novos padrões na produção de alimentos.

O recente florescimento econômico em algumas regiões do planeta, propiciou o aumento do consumo de alimentos, principalmente proteína de origem animal. A consequência desta maior demanda foi o aumento do comércio de produtos agropecuários ao nível global, e a intensificação da criação industrial de animais de corte. A maior concentração da população animal gerou forte pressão sobre o equilíbrio microbiológico natural dos ecossistemas produtivos, acarretando maior predisposição à proliferação de patógenos.

Assim, a produção animal é um elo sensível do sistema de saúde pública das nações. De acordo com a Organização Mundial de Saúde (2002), a maioria dos casos de infecção alimentar está relacionada à ingestão de alimentos ou água contaminados. Governos do mundo todo estão intensificando seus esforços para controlar as doenças de origem alimentar, definida como as doenças tóxicas ou infecciosas causadas por agentes ingeridos com alimentos.

No Brasil, um exemplo deste esforço por parte do Ministério da Agricultura é a publicação da Instrução Normativa n. 15 (BRASIL, 2003), que regulamenta o beneficiamento de farinhas de origem animal para consumo animal. Esta Instrução visa o controle

bacteriológico de farinhas de origem animal destinada aos fabricantes de ração, através de processamento em autoclave. As farinhas de origem animal são, reconhecidamente, os ingredientes de maior risco microbiológico no preparo de rações animais.

O intestino animal é um exemplo de ecossistema microbiológico, cujo equilíbrio da flora significa a saúde ou doença do indivíduo. A população microbiana intestinal natural vive em sistema simbiótico com o hospedeiro, sendo responsável, junto com os sucos digestivos, pelo bom funcionamento do processo de digestão dos alimentos e absorção dos nutrientes. O intestino em si é um excelente meio de cultura, com umidade, temperatura e pH favoráveis ao desenvolvimento microbiológico. A homeostase deste sistema só é mantida pelo equilíbrio do ecossistema favorável aos microorganismos benéficos, mantendo os microorganismos patogênicos e oportunistas sob controle. Cargas maiores de patógenos, advindos da ingestão de alimentos contaminados são a causa mais comum de desarranjos intestinais, que implica em pressão sobre o equilíbrio do ecossistema maior ao qual este animal está inserido, representado pela granja de criação, o que afeta o ecossistema que engloba a população humana.

Assim, técnicas de processamento dos alimentos que possibilitam a esterilização comercial, ou mesmo a diminuição da sua carga microbiológica, são ferramentas que merecem estudos.

Na área de alimentos, a extrusora é uma máquina que acelera a formatação e o processo de reestruturação de ingredientes. É utilizada para cozer, formar, misturar, texturizar e formatar produtos alimentícios sob condições que favorecem a retenção da qualidade nutricional, alta produtividade e baixo custo (RIAZ, 2003). Na agroindústria, a extrusora é amplamente empregada no beneficiamento de alimentos, grãos e rações em escala industrial.

Há dados suficientes na literatura que indicam que o processo de extrusão pode ser viável na redução bacteriológica de alimentos, o que a credencia a ser uma alternativa de processamento industrial à proposta do Ministério da Agricultura contida na Instrução Normativa n. 15.

No entanto, o fundamento pelo qual o processo de extrusão acarreta a morte celular não está bem esclarecido. Vários trabalhos creditam esta capacidade ao calor gerado na máquina (QUÉGUINER et al., 1989; LIKINAMI et al., 1990; KELLEY e WALKER, 1999).

Uma máquina extrusora trabalha com temperatura máxima da massa ao redor dos 150

°C, e pressão menor que 20 MPa. O tempo de residência do material sob tais condições oscila na faixa de uma dezena de segundos (QUÉGUINER et al., 1989; LIKINAMI e SOFOS, 1990; LIKINAMI et al., 1990; KELLEY e WALKER, 1999; KELLEY e WALKER, 2000).

Trabalhos de pasteurização por altas pressões citam valores de milhares de atmosferas para obter resultados satisfatórios a temperaturas ambientes (HAYAKAWA et al., 1994; PERRIER-CORNET et al., 1999; HAYAKAWA et al., 1999; BENITO e MAKEY, 1999; NIVEN e MAKEY, 1999). O tempo para eliminar bactérias por calor em autoclave (temperatura 121 °C; pressão 1,1 atm) normalmente requerem minutos.

A avaliação dos parâmetros de processo parece indicar que a extrusora pode inativar células vivas através de uma combinação sinérgica de fenômenos, além do calor.

Recentemente, comprovou-se que calor e cisalhamento gerados na extrusora são aditivos no processo de cozimento, fato este que foi chamado de “equivalência energética” (ZHENG e WANG, 1994). Do ponto de vista físico-químico, o cozimento leva ao reordenamento de moléculas nos alimentos, como a gelatinização e dextrinização do amido, e desnaturação de cadeias protéicas. Segundo o conceito de “equivalência energética”, ambos os fenômenos, calor e cisalhamento, são responsáveis pela transformação do alimento de forma equivalente.

A hipótese central deste trabalho é que a energia térmica e as forças mecânicas de pressão e cisalhamento obtidas no processo de extrusão, possam ser os fenômenos indutores da morte celular.

O entendimento das interações que ocorrem no processo de extrusão e que afetam a viabilidade de seres unicelulares pode abrir a possibilidade de novas formas de controle microbiológico em alimentos, sem o emprego excessivo do calor ou pressão hidrostática, o que pode representar um processo menos danoso aos nutrientes dos alimentos e mais eficiente do ponto de vista econômico. O conhecimento destas variáveis pode conduzir a novas formas de desenho e construção da máquina de extrusão, cujo objetivo primordial seja o controle bacteriológico de alimentos ao nível industrial.

O objetivo geral deste trabalho foi determinar os efeitos da taxa de cisalhamento, temperatura e pressão gerados no processo de extrusão de alimentos para animais sobre a viabilidade de esporos bacterianos. Os objetivos específicos foram: a caracterização reológica

de uma ração para animais, a determinação dos parâmetros termobacteriológicos do esporo sob estudo, a determinação do efeito da taxa de cisalhamento sobre a viabilidade do esporo, e o efeito da interação da taxa de cisalhamento, temperatura de operação e pressão sobre a viabilidade dos esporos na máquina extrusora.

A apresentação desta monografia será na forma de artigos científicos. Para fins didáticos, será apresentada uma revisão bibliográfica geral, que contém os fundamentos teóricos empregados neste trabalho. Os experimentos serão apresentados em seções, e seus resultados e aplicações visam atingir os objetivos específicos. A discussão geral dos resultados obtidos visará o atendimento do objetivo geral da tese e sugestões para novos desenvolvimentos. Por fim, as conclusões gerais são apresentadas.

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

1. Controle microbiológico de alimentos

De acordo com a Organização Mundial de Saúde (2002), a maioria dos casos de infecção alimentar em humanos está relacionada à ingestão de alimentos ou água contaminados, e os principais agentes microbiológicos são: *Salmonella* spp., *Campilobacter* spp., *Escherichia coli*, e *Cholera* spp, todos eles bactérias.

A FAO (Food and Agriculture Organization), através do Codex Alimentarius, define "desinfecção" de alimentos como a redução por métodos químicos ou físicos do número de microorganismos no ambiente, a nível que não comprometa a segurança alimentar ou conveniência dos alimentos. Também define que segurança alimentar é a garantia que o alimento não causará danos ao consumidor ao ingeri-lo, de acordo com o uso a que se destina.

Em produção animal, há vários patógenos relacionados aos problemas sanitários que podem ser adquiridos por via oral. Porém, grande parte destes é originada do contato entre os animais e da ingestão de fezes em sistemas de criação confinados. A contaminação via ingestão de alimentos, está mais relacionada com os casos de salmonelose e clostridiose, principalmente em farinhas de origem animal.

A Instrução Normativa n. 15, do Ministério da Agricultura brasileiro, regulamenta o procedimento técnico para processamento de resíduos de animais destinados ao consumo animal (BRASIL, 2003). Segundo a norma, os processadores de farinhas devem "...reduzir as partículas a 5 cm, e proceder tratamento térmico com vapor saturado direto, à temperatura de 133 °C, sob 3 bar de pressão por 20 min...". O tratamento deve garantir a eliminação de *Salmonella* spp. e esporos de *Clostridium perfringens*.

Em termos de resistência aos processos físico-químicos de inativação de bactérias, pode-se observar uma diferença pronunciada entre as bactérias vegetativas e as formadoras de esporos. Estas são muito mais resistentes às adversidades do meio ambiente na sua forma esporulada, e podem resistir até aos processos brandos de desinfecção.

A aplicação de calor é o método mais amplamente empregado para controle de

microorganismos. E o calor úmido é o mais efetivo para a eliminação de quaisquer formas, quando comparado ao calor seco (PENNA e MACHOSHVILI, 1997).

As estratégias de estabilização térmica de microorganismos termodúricos ocorrem ao nível molecular. Tais estratégias resultam em maior requerimento de calor para a desnaturação das proteínas nestes microorganismos.

Kumar e Nussinov (2001) citam que, além das atividades das proteínas do choque térmico ("heat shock proteins"), a termo-resistência dos microorganismos está ligada à estabilidade das proteínas termofílicas, que são atribuídas a sua hidrofobicidade, maior compactação da estrutura, e melhor interação eletrostática na conformação e função protéica.

A composição aminoacídica e sua posição na cadeia protéica também parecem influenciar a termo-tolerância. Kreil e Ouzounis (2001) puderam agrupar e identificar espécies termófilas baseados apenas na sua composição aminoacídica.

A avaliação da resistência térmica de microorganismos é feita pela determinação de seus valores D e z . O valor D , denominado de tempo de redução decimal, corresponde ao tempo, em minutos, à determinada temperatura, capaz de causar a redução de 90% do número de células presentes no material em estudo. O valor z corresponde ao intervalo de temperatura que ocasiona variação de 10 vezes no valor D .

Para avaliação de processo térmico visando a esterilização, elege-se um microorganismo termo-resistente (MAZZOLA, 2003; PENNA e MACHOSHVILI, 1997). Os esporos de bactérias termófilas são os mais resistentes ao calor, seguidos de algumas mesófilas anaeróbias. As células vegetativas de bactérias e a grande maioria dos bolores e leveduras são pouco resistentes ao calor (Tabela 1).

O *Bacillus stearothermophilus* é uma bactéria gram-positiva, não patogênica, formadora de esporos que, devido a sua resistência térmica, é utilizado corriqueiramente em laboratórios microbiológicos para monitoramento e validação de ciclos de esterilização. São aeróbios ou anaeróbios facultativos, fermentadores de açúcar, sem produção de gases, capazes de se desenvolverem entre temperaturas de 33 a 70 °C em pH próximo a neutralidade .

As técnicas de contagem por plaqueamento baseiam-se na capacidade reprodutiva das bactérias estudadas, que é dependente de sua funcionalidade bioquímica.

Para avaliação direta da morfologia dos microorganismos, técnicas de observação

direta em microscópio podem ser utilizadas (SPLITTSTOESSER, 1992).

Tabela 1. Valores D e z de esporos e células vegetativas de bactérias, bolores e leveduras

Microrganismos	Temperatura de teste (°C)	Valor D (min)	Valor z (°C)
Esporos			
<i>Bacillus stearothermophilus</i>	121,1	4,0-5,0	7,7-12,2
<i>C. thermosaccharolyticum</i>	121,1	3,0-4,0	8,8-12,2
<i>Desulfotomaculum nigrificans</i>	121,1	2,0-3,0	8,8-12,2
<i>Clostridium botulinum</i> A e B	121,1	0,1-0,2	7,7-10,0
<i>Clostridium perfringes</i>	100	0,31-17,6	6,0-17,2
<i>Bacillus cereus</i>	121,1	0,003-2,37	7,9-9,9
Bactérias vegetativas			
<i>Mycobacterium tuberculosis</i>	65,5	0,5-1,0	4,4-5,5
<i>Brucella</i> spp	65,5	0,1-0,2	4,4-5,5
<i>Salmonella</i> spp	65,5	0,02-0,25	4,4-5,5
<i>Staphylococcus aureus</i>	65,5	0,2-2,0	4,4-6,5
<i>Lactobacillus</i> spp	65,5	0,5-1,0	4,4-5,5
Bolores e leveduras			
<i>Células vegetativas e micélios</i>	65,5	0,5-3,0	4,4-6,6
<i>Zygosaccharomyces baillii</i>	60,0	7,0-14,2	4,0-5,0
<i>Saccharomyces cerevisiae</i>	60,0	8,2-22,2	4,5-5,5

Fonte: Stumbo, 1973; Russell, 1982; Putt e De Jong (1982), citados por LEITÃO e JUNQUEIRA, 1995

2. Extrusoras como redutores da carga bacteriana em alimentos

Existem inúmeros trabalhos publicados enfocando o uso de extrusoras como transformadores das características funcionais e nutritivas dos alimentos (ALVIM, 2001; BRENT, 1999; BORJSZO e KHAN, 1992; BARRAZA et al., 1991; BJORCK e ASP, 1984). A aplicação da extrusão em alimentos está baseada em gelatinização do amido, formação de complexo amido-lipídeo, desnaturação e texturização protéica, aglomeração e solubilização, reações químicas e bioquímicas, efeitos de cisalhamento e expansão (LINKO e LINKO, 1984). Além disto, o processo de extrusão é efetivo na inativação de fatores anti-nutricionais, volatilização de odores desagradáveis e pasteurização do produto (LIKINAMI et al., 1990).

Em um trabalho francês (QUÉGUINER et al., 1989), os autores avaliaram o efeito da extrusão sobre a viabilidade de *Streptococcus thermophilus*, uma bactéria termo-resistente. O objetivo foi avaliar processo alternativo para redução da carga bacteriana em alimentos termo-sensíveis, e utilizou-se proteína isolada de soro de leite como veículo. A máquina utilizada foi uma extrusora de rosca dupla, co-rotante, sem hélices reversas, sem quebradores e sem matriz.

Foram utilizados 2 comprimentos de rosca e cilindro: 500 e 1000 mm, com tempos mínimos de residência de 20-25 e 35-40 s, respectivamente, para rotação de 50 rpm. Aplicou-se aquecimento externo, que propiciou temperaturas de 80 a 200 °C, sendo observada redução total do microorganismo a 163 e 143 °C, nas roscas de 500 e 1000 mm, respectivamente. Porém, o tratamento controle a 20 °C não reduziu a viabilidade, medida em contagem direta por plaqueamento. Os dados deste experimento indicam que apenas as variáveis calor e tempo de residência são as causas da inativação dos microorganismos.

Em trabalho publicado em 1999, Kelley e Walker extrusaram resíduos de alimentos misturados ao milho e casca de soja, com umidade média de 37%, utilizando extrusora de rosca simples. Os autores relacionaram a redução total de coliformes fecais, bactérias dos gêneros enterococcus e estafilococcus e bactérias heterotróficas à temperatura da massa, que variou de 100 a 135 °C, com tempo de residência de 30 s.

Estes mesmos autores (KELLEY e WALKER, 2000), utilizando a mesma máquina com temperaturas de 100 a 135 °C, observaram, por contagem em plaqueamento, eliminação total do *Bacillus stearothermophilus*, uma bactéria termo-resistente, em 8 de 13 amostras de resíduos sólidos de suinocultura misturados com milho e casca de soja extrusadas com 37% de umidade, e especularam que desidratação e ruptura devem ser relacionadas à morte dos microorganismos, expandindo a explicação para além da energia térmica.

O trabalho de Likinami e colaboradores (1990) determinou o valor D para esporos de *Bacillus globigii* termo-resistente, durante extrusão da mistura de milho e soja com 18% de umidade, tomando como base apenas o tempo de residência em que a massa esteve com temperaturas acima de 95 °C, utilizando uma extrusora simples, com rosca cônica e taxa de compressão de 3:1. A velocidade de rotação da rosca variou de 80 a 160 rpm, gerando diferentes tempos de residência, e a temperatura da parede do cilindro também foi variável, o que resultou em temperaturas máximas na massa de 100 a 115 °C. O valor de $D_{\text{extrusão } 100^{\circ}\text{C}}$ foi de 6,6 s, e $D_{\text{extrusão } 115^{\circ}\text{C}}$ foi de 1,7 s. Estes dados indicaram que outro fenômeno desenvolvido na extrusora pode estar associado à redução da resistência ao calor de esporos termo-resistentes.

3. Efeito da pressão hidrostática sobre a viabilidade celular

Estudos de pasteurização por pressão hidrostática mostram que a inibição do crescimento celular de microorganismos requer altas pressões, na ordem de milhares de atmosferas, para que o fenômeno se expresse.

Hayakawa e colaboradores (1994) trabalharam com esporos termo-resistentes de *Bacillus stearothermophilus*, cujo valor D_{121C} atinge 14 min, sob pressão contínua e alternada. Os tratamentos foram: 1. pressurização contínua; 2. Seis pulsos de 590 atm durante 1 s, seguido de 1 s de alívio da pressão; 3. Seis ciclos de pressão oscilatória de 5 min, seguido de 1 s sem pressão; a temperatura do sistema foi controlada por banho-maria. O resultado demonstrou que não houve morte das células quando a pressão foi mantida a 9800 atm por 60 min à temperatura de 20 °C. Porém, nas mesmas condições, a elevação da temperatura para 70 °C provocou a redução de 4 ciclos logarítmicos. A total destruição das células por rompimento, observada em microscopia, foi observada no tratamento de 6 ciclos oscilatórios de 5 min de pressão a 590 atm a 70 °C, o que claramente indica interação de temperatura e pressão.

Pesquisadores observaram a redução de até 7 ciclos logarítmicos de *Saccharomyces cerevisiae*, sob pressão de 3450 atm por 10 min. Os dados deste trabalho observaram que células pressurizadas em baixa atividade de água foram mais resistentes, e células estressadas osmoticamente são menos sensíveis (PERRIER-CORNET et al., 1999).

A observação do comportamento de expansão da água congelada, induziu técnicos japoneses a um raciocínio original (HAYAKAWA et al., 1999). Microorganismos em suspensão foram encapsulados e colocados em vaso de pressão, que foi preenchido com água destilada, devidamente selado e colocado em congelador por 24 h, a temperaturas variáveis. Exemplares de *Saccharomyces cerevisiae* foram totalmente eliminados a -10 °C, o que equivaleu a 980 atm de pressão dentro do vaso. Os microorganismos submetidos às mesmas condições, porém com o vaso de pressão aberto, não sofreram redução da viabilidade.

Benito e Mackey (1999) avaliaram a viabilidade de 5 diferentes cepas de *E.coli*, sob pressão hidrostática de 4930 atm, de 0 a 30 min, com temperatura máxima de 45 °C. O resultado demonstrou que 2 cepas não sofreram danos e as demais reduziram viabilidade em

até 6 ciclos logarítmicos, dependente do tempo de tratamento.

Já foi demonstrado que a habilidade de cepas baro-resistentes está relacionada à capacidade de reação bioquímica da célula, e tal expressão é gene dependente (HAUBEN et al., 1998; BENITO e MAKEY, 1998; IWAHASHI et al., 1998). Niven e Mackey (1999) também demonstraram que a síntese protéica é inibida em *E. coli* sob pressão hidrostática que variou de 490 a 2490 atm durante 20 min, e cogitaram que o dano irreversível aos ribossomos é a causa primária da morte celular.

4. Conceito de “energia equivalente” no processo de extrusão

Por muito tempo, cogitou-se que o cozimento dos alimentos extrusados ocorria em decorrência da energia térmica gerada. Mesmo em extrusoras a seco, a energia mecânica cisalhante deveria ser transformada em energia térmica pelo atrito para realizar a transformação do alimento. Assim, o efeito de cisalhamento, teria importância apenas na geração do calor que propiciaria o cozimento dos alimentos.

Os efeitos do cisalhamento sobre a desnaturação e re-orientação das moléculas protéicas dos alimentos já são bastante conhecidos e largamente empregados na indústria alimentícia (CESPEDES, 1999; JACKIX, 1989).

Alguns dados demonstram, segundo o conceito de “equivalência energética”, que as energias térmica e de cisalhamento são aditivas no processo de cozimento (ZHENG e WANG, 1994). Estes autores, trabalhando com temperaturas de processo abaixo de 90 °C, observaram que a taxa de conversão do amido foi afetada exponencialmente pela tensão cisalhante e linearmente pela taxa de cisalhamento. A energia cisalhante foi mais eficiente na transformação do amido quando comparado à energia térmica. Assim, ambas as formas de energia seriam responsáveis pela transformação do alimento. Zheng et al. (1995) demonstraram a redução do tamanho das moléculas de amido abaixo de 0,5 µm em processo de extrusão a 40 °C, e relacionaram esta redução ao aumento da taxa de cisalhamento e tempo de residência da massa no processo.

Bouveresse et al. (1982) trabalharam com extrusora de rosca dupla, com temperaturas na matriz de 182 ou 165 °C, pressões de 118-130 e 125-150 bar, respectivamente, e tempo de

residência nas regiões de temperatura e pressão de 25 a 110 s. Nestas condições mediram a redução de *Bacillus stearothermophilus*, cujo $D_{121,1^{\circ}\text{C}}$ foi de 3,9 min, e observaram que os processos de extrusão a 182 e 165 °C equivalem a 27 e 17 min de tratamento a 121,1 °C, respectivamente. Assim demonstraram que a energia de ativação da morte celular na extrusora não é ditada apenas pela energia térmica, e calcularam o valor $D_{\text{extrusão } 182^{\circ}\text{C}}$ em 6 s, e valor $D_{\text{extrusão } 165^{\circ}}$ em 13 s.

Em outro experimento, uma extrusora de rosca dupla e um reômetro rotacional (BULUT et al., 1999) foram utilizados para gerar forças de cisalhamento sobre gelatina concentrada inoculada com *Microbacterium lacticum*, um microorganismo termo-resistente ($D_{75} = 20$ min). As tensões de cisalhamento na extrusora foram controladas pela variação da adição de água, e variaram de 19 a 45%. Não foi possível detectar microorganismos vivos, pela contagem em plaqueamento, no nível mais alto de tensão de cisalhamento e pressão de 409 kPa e 58 atm, respectivamente, calculados na parede da matriz. O tempo médio de residência variou de 49 a 58 s e a temperatura máxima na matriz foi de 73 °C. Viscosidade da massa, tensão de cisalhamento na parede da matriz, pressão e temperatura na matriz foram as variáveis com alta correlação com a morte celular, enquanto a velocidade do rosca, umidade da massa e energia mecânica específica apresentaram baixa correlação. No reômetro rotacional, a redução do microorganismo inoculado em gelatina a 65% de umidade foi diretamente proporcional ao aumento da taxa de cisalhamento, temperatura e tempo.

Foi examinado o efeito da tensão de cisalhamento sobre a viabilidade de leveduras em ração para cães, utilizando-se extrusora de rosca simples com matrizes de diferentes comprimentos (KAUFFMAN e HATCH, 1977). Os autores adaptaram a matriz da máquina, de forma a permitir a conexão de tubos de 3,18 mm de diâmetro ao orifício da matriz, de comprimentos variando de zero a 30,5 cm. Os testes foram realizados à temperatura máxima de 40 °C na massa e rotações da rosca variando de 20-50 rpm, onde os resultados demonstraram redução de 20 a 60% da viabilidade celular.

Este estudo foi baseado na teoria onde as tensões de cisalhamento e o perfil de velocidade do escoamento laminar constante de um fluido incompressível através de um canal cilíndrico podem ser estimados. Em regime, uma porção anular do fluido próximo à parede do canal experimenta um gradiente de velocidade, sendo que as partes do fluido se movimentam

em relação às adjacências (Figura 1). Na região central do canal, delimitada por r_0 , o fluido escoava livremente sem o efeito do gradiente de velocidade.

Segundo os autores, nesta região, as células não sofreram qualquer efeito das tensões de cisalhamento, e sua redução percentual pôde ser relacionada com a fração volumétrica da zona anular delimitada por r_0

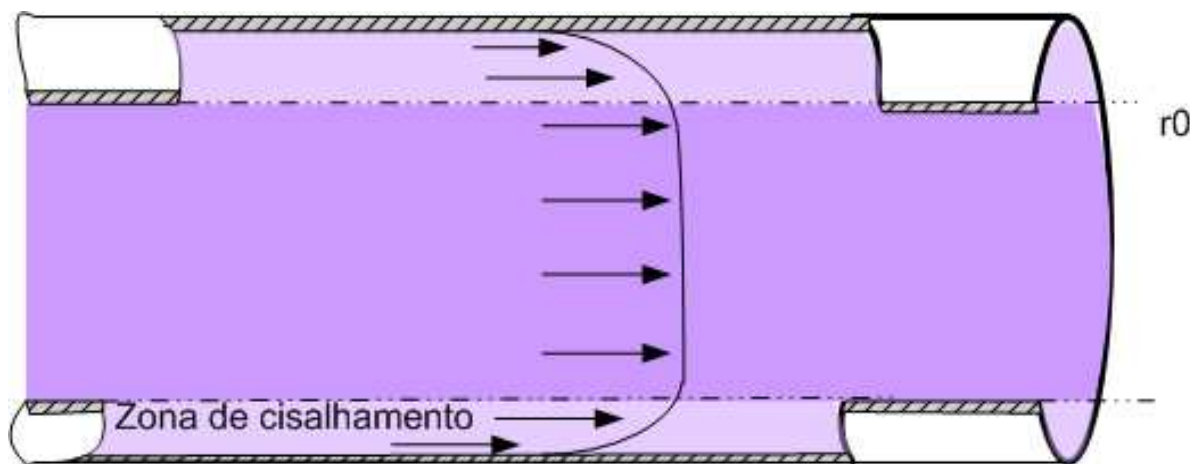


Figura 1. Escoamento de plástico de Bingham; r_0 delimita zona de escoamento submetido à taxa de cisalhamento (Fonte: KAUFFMAN e HATCH, 1977).

A energia térmica e a energia mecânica, gerando pressão e cisalhamento na massa, poderiam apresentar efeito sinérgico na redução de microorganismos durante o processo de extrusão.

A pressão hidrostática necessária para ruptura de materiais homogêneos, isotrópicos e contínuos em sistema isotérmico, tende ao infinito. A ruptura nestes casos só pode ser explicada pela tensão deviatória (FABBRO et al., 2002).

Apesar da estrutura de organismos unicelulares, a rigor, não apresentarem características de homogeneidade, isotropia e continuidade para satisfazer o quadro teórico acima, pode-se especular que a associação de tensões hidrostática e deviatória reduziria o limiar de ruptura destes microorganismos.

5. Funcionamento da extrusora

O princípio do funcionamento da máquina extrusora é bastante simples e consiste do transporte do material por um cilindro, de uma extremidade à outra, impulsionado por uma rosca de Arquimedes girando e carreando a massa em direção à extremidade final, que é parcialmente fechada pela matriz, que impõe resistência ao escoamento. A interação entre a restrição na matriz e a força mecânica da rosca sobre a massa implica em dois fenômenos mecânicos, que são cisalhamento e pressão, e podem estar envolvidos na redução da viabilidade das bactérias.

A rosca pode ser dividida em três zonas: a zona de alimentação, zona tribológica (transição), e zona reológica (Figura 2) (HARPER, 1992). A zona de alimentação recebe e transporta a massa para as zonas seguintes. Na zona tribológica o material começa a ser compactado pelo aumento da compressão e grande parte da energia mecânica é dissipada, causando aumento rápido da temperatura e a transformação da massa da forma granular para uma forma plástica contínua. As relações tribológicas regem o comportamento da massa nesta seção. Por fim, na zona reológica, as variáveis temperatura, pressão e taxa de cisalhamento atingem o máximo e o comportamento da massa é ditado pelas relações reológicas. Em roscas de perfil afilado-reto, estas três zonas são facilmente identificáveis pela geometria da rosca, apesar da transição das características da massa não ser assim tão abrupta.

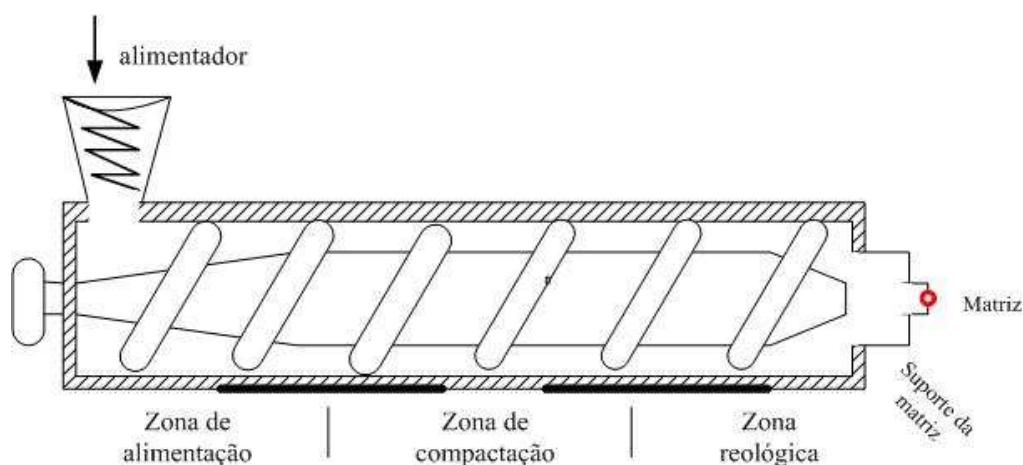


Figura 2. Segmentação da máquina extrusora em função da interação com a massa

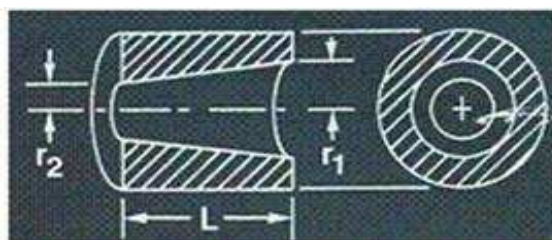
A produtividade do processo de extrusão é dependente da vazão volumétrica da matriz e é função da geometria da matriz e reologia da matéria-prima sob processo:

$$Q_{\text{matriz}} = k P \mu^{-1} \quad (1)$$

onde, Q_{matriz} é a vazão volumétrica na matriz, P é a pressão sobre a massa, μ é a viscosidade do produto, e k é a constante da matriz.

A geometria da matriz, representada por k na equação (1), é outro componente da resistência ao escoamento. Para uma dada viscosidade, a resistência ao escoamento é proporcional a k^{-1} . Esta resistência é maior para matrizes com paredes mais espessas e com áreas vazadas menores. As constantes k para geometrias simples foram obtidas a partir das equações de movimento e são apresentadas na Figura 3 (MILLER e MULVANEY, 2000).

A matriz pode apresentar várias aberturas, e tais resistências estão em paralelo, o que requer a soma dos valores individuais de k .



$$k = \frac{3\pi}{8L \left(\frac{r_1 - r_2}{r_2^3 - r_1^3} \right)}$$

se

$$r_1 = r_2 : k = \frac{\pi \cdot r^4}{8L} \quad (2)$$

Figura 3. Constante k em função do desenho da matriz

(Fonte: MILLER e MULVANEY, 2000)

Hipoteticamente, se o equipamento apresenta matriz totalmente fechada, a taxa de produção seria zero e a geração de pressão pela rosca tenderia ao infinito, no limite da potência e consumo energético do equipamento. Ao contrário, uma extrusora sem matriz e

sem restrição alguma, teria uma taxa de produção igual à vazão volumétrica do conjunto rosca-cilindro e requerimento de potência apenas para manter o transporte da matéria-prima.

A vazão volumétrica do cilindro, que também pode ser calculada, é sempre maior que a vazão na matriz, o que gera um forte gradiente de pressão dentro do cilindro, ditado pelo funcionamento e desenho da rosca.

No exemplo hipotético, se não houvesse qualquer restrição na matriz, a produção do equipamento seria igual à vazão volumétrica do conjunto cilindro e rosca. Porém, para manter a produtividade volumétrica da matriz, à medida que se aumenta sua restrição da vazão (diminuição de k), há correspondente aumento de pressão, previsto na equação (1).

O deslocamento da massa em extrusoras de rosca simples é complexo e sofre maior influência da pressão, pois há vazamento de matéria-prima pelas hélices da rosca, no sentido contrário ao deslocamento relativo da rosca (Figura 4). Assim, observam-se dois escoamentos no extrusor de rosca única: o escoamento de arraste e o escoamento devido à pressão.

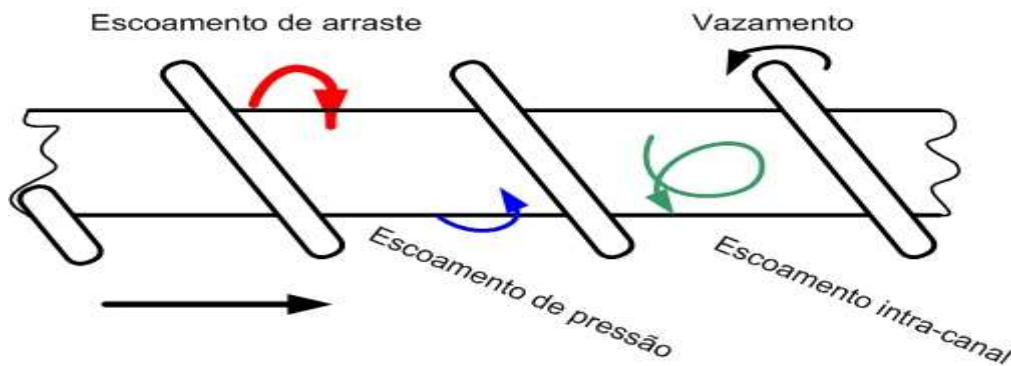


Figura 4. Escoamentos da massa na extrusora de rosca única
(Fonte: MILLER e MULVANEY, 2000)

O escoamento de arraste é causado pelo movimento relativo da rosca e cilindro. A rosca em movimento cria um deslocamento tangencial do produto em relação à parede do cilindro. Tal deslocamento é redirecionado pelas hélices da rosca. Assumindo que o produto adere às superfícies, ele sofre cisalhamento, sendo que o produto na superfície da rosca se move com ela, enquanto o produto na superfície do cilindro fica para trás, o que resulta em um perfil de velocidade, com a média entre tais extremos. O cálculo do escoamento de arraste é

independente da viscosidade e é simples função da velocidade de rotação e geometria da rosca:

$$Q_a = \alpha N \quad (3)$$

onde, Q_a é a vazão de escoamento de arraste, α é o parâmetro geométrico da rosca e N é a velocidade da rosca.

Por outro lado, do ponto de vista de desenho, a extrusora de rosca simples é um canal helicoidal contínuo pelo qual um fluido pode deslocar-se em função de um gradiente de pressão. O escoamento de pressão é gerado pelo gradiente de pressão, gerado pela resistência ao escoamento na matriz e sofre resistência devido à viscosidade do produto:

$$Q_p = - (\beta \mu^{-1})(\delta P \delta l^{-1}) \quad (4)$$

onde Q_p é a vazão de escoamento de pressão, $\delta P \delta l^{-1}$ é o gradiente de pressão ao longo do cilindro, e β é o fator geométrico do escoamento de pressão. O sinal negativo indica que o escoamento é oposto ao gradiente de pressão.

α e β são fatores da geometria da rosca (Figura 5), dados pelas seguintes equações:

$$\alpha = 1/2 \pi^2 D^2 h (1 - n e / t) \sin \varphi \cos \varphi \quad (5)$$

e

$$\beta = 1/12 \pi D h^3 (1 - n e / t) \sin^2 \varphi \quad (6)$$

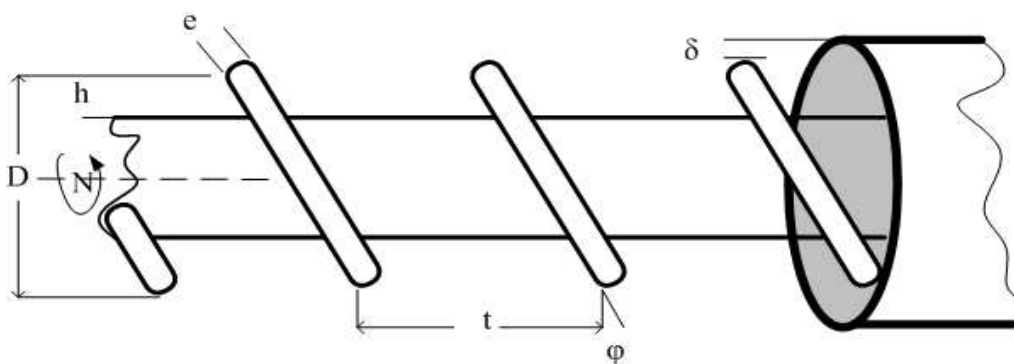


Figura 5. Dimensões da rosca. D - diâmetro, N - número de revoluções por minuto, h - altura da hélice, e - espessura da hélice, t - passo, φ - ângulo da hélice em relação ao eixo, δ - espaço entre hélice e o cilindro.

Negligenciando o vazamento no espaço entre hélice e cilindro, a vazão volumétrica líquida da extrusora de rosca simples é dada pelo somatório de Q_a e Q_p .

Ao impor maior resistência ao escoamento pela maior restrição de escoamento na matriz, o gradiente de pressão é aumentado, o que gera maior escoamento volumétrico de pressão em sentido oposto ao deslocamento da rosca, fazendo com que maior quantidade de massa preencha o cilindro, demandando mais potência do motor.

Dados de literatura citam que a pressão na máquina pode variar de 30 a 200 atm (KELLEY e WALKER, 2000; RIAZ, 2001).

Pelo exposto anteriormente, podemos observar uma relação entre o escoamento volumétrico na matriz e no cilindro da extrusora:

$$Q_{\text{matriz}} = Q_a + Q_p \quad (7)$$

Então, a variação das dimensões da matriz afeta a vazão volumétrica do sistema por variação da resistência na parede da matriz e variação do escoamento de pressão.

A geometria do conjunto rosca-cilindro da extrusora de rosca simples pode ser simplificada para a facilidade de descrição dos padrões de escoamento (MILLER e MULVANEY, 2000; HOUT et al., 1998; GOPALAKRISHNA e JALURIA, 1992; BRUIN et al., 1978). Esta simplificação baseia-se na idéia da extrusora como um canal helicoidal contínuo em torno do eixo da rosca, fechado pelo próprio eixo abaixo, pela parede do cilindro acima, e pelas hélices lateralmente. A linearização deste canal helicoidal resultaria em um canal retangular de largura W e altura H por onde a massa escoaria (Figura 6). Esta simplificação assume escoamento em regime, força inercial e gravitacional desprezíveis, vazamento da massa pelos espaços entre cilindro e hélices pequeno em relação ao escoamento total, largura do canal muito maior do que a altura ($W \gg H$), curvatura do canal pequena em relação ao comprimento, escoamento laminar e material incompressível.

O funcionamento da máquina prevê um cilindro estacionário com uma rosca rotante em seu interior. Por razões didáticas, inverte-se o movimento relativo do conjunto cilindro-rosca e passamos a descrevê-los como o cilindro rotacionando em torno do cilindro estacionário, à velocidade v . Do ponto de vista matemático, as duas situações são idênticas.

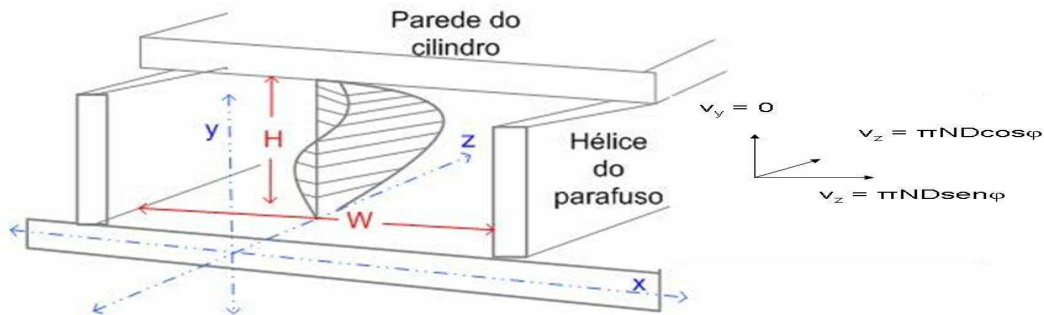


Figura 6. Canal retangular, W - largura, H - altura, v_y v_z v_x - velocidades do escoamento nas direções y , z e x . (Fonte: GOPALAKRISHNA e JALURIA, 1992)

Com estas simplificações, o escoamento no canal da extrusora de rosca simples é reduzido ao escoamento em um canal retangular de largura W e altura H , com uma parede (cilindro, Figura 6) movendo a velocidade v_z .

$$v_z = \pi N D \cos \varphi \quad (8)$$

A velocidade na direção y é nula, $v_y = 0$, e a velocidade na direção v_x é dado por:

$$v_x = \pi N D \sin \varphi \quad (9)$$

A partir desta abstração didática, fica mais fácil compreender os padrões de escoamento apresentados na Figura 4. Um ponto na massa está sofrendo rotação e translação em torno do eixo da rosca ao mesmo tempo.

Gopalakrishna e Jaluria (1992) simularam a variação do gradiente de velocidade de escoamento da massa rica em amido (índice Lei da Potência $n = 0,30$) no canal da rosca, para geometria simplificada de uma extrusora de rosca única, cujos resultados são apresentados na Figura 7. Os autores consideraram a rosca estacionária, enquanto a parede do cilindro foi considerada rotacionando em torno da rosca. A Figura 7a apresenta o perfil estimado da velocidade de escoamento para rosca com relação de compressão de 1:1 e a Figura 7b, para rosca com relação de compressão maior que 1:1. Na zona de maior compressão da rosca com perfil afilado-reto, o gradiente de velocidade se distribui por toda a massa, e próximo da matriz, a velocidade de escoamento da massa é até maior que àquela da rotação do cilindro (neste exemplo didático, de inversão do ponto estacionário).

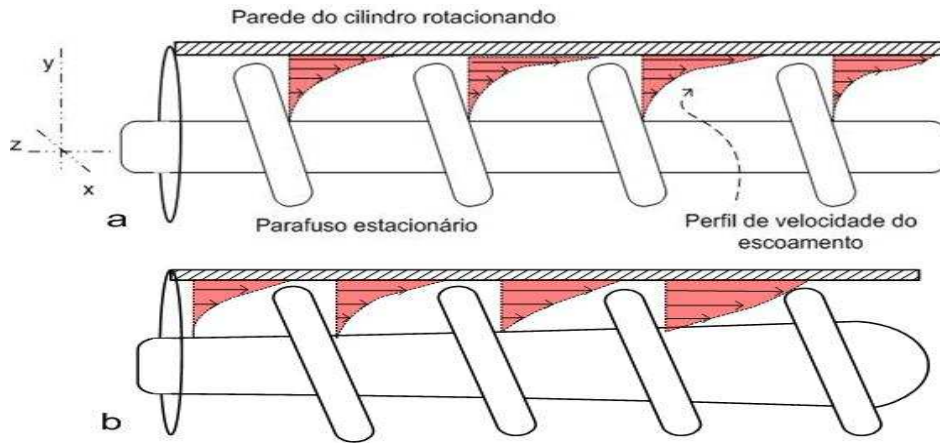


Figura 7. a) Perfil de velocidade de escoamento da massa no interior de extrusora de rosca única, estimado para amido (índice da Lei da Potência, $n = 0,3$) ângulo da hélice $\phi = 16,54^\circ$ e taxa de compressão 1:1; b) taxa de compressão $> 1:1$ (Adaptado de GOLAPAKRISHNA e JALURIA, 1992)

6. Reologia de materiais biológicos

A reologia pode ser definida como o estudo da deformação e escoamento da matéria, ou a resposta dos materiais à aplicação de tensão e deformação (STEFFE, 1996). O conhecimento das propriedades reológicas do material sob extrusão é muito importante, pois determinam, em grande parte, as características do processo (RAUWENDALL, 1994).

Cisalhamento simples compõe um tipo especial de escoamento dito viscométrico, onde apenas um componente da velocidade é diferente de zero, e tal componente varia na direção normal ao escoamento (Figura 8).

O tensor tensão total σ_{ij} pode ser separado em seus componentes normal e cisalhante (deviatórico):

$$\sigma_{ij} = \sigma_m \delta_{ij} + \tau_{ij} \quad (10)$$

onde σ_m é o tensor normal médio, τ_{ij} é a tensão cisalhante e δ_{ij} é o delta de Kronecker¹.

O estado de tensão no material submetido a tal deformação é completamente definido pelos componentes de tensão cisalhante τ_{12} , τ_{11} , τ_{22} , τ_{33} .

Em notação matricial:

$$\sigma_{ij} = \begin{vmatrix} -P + \tau_{11} & \tau_{12} & 0 \\ \tau_{21} & -P + \tau_{22} & 0 \\ 0 & 0 & -P + \tau_{33} \end{vmatrix} \quad (11)$$

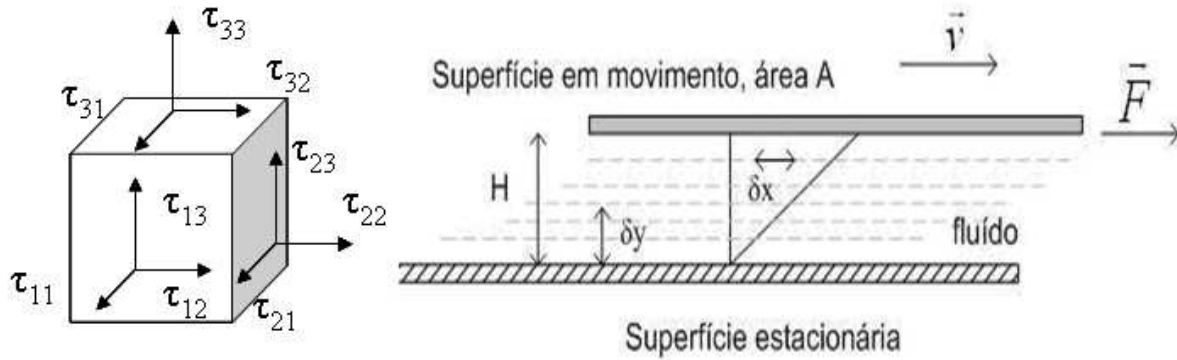
em que $-P$ é a tensão normal sobre o material e o sinal negativo indica compressão.

¹ $\delta_{ij} = 1$, se $i = j$; $\delta_{ij} = 0$ se $i \neq j$

Conseqüentemente, para materiais incompressíveis, há um componente do tensor taxa de deformação específica (Δ_{ij}), que é designado taxa de cisalhamento ($\dot{\gamma}$):

$$\Delta_{ij} = \begin{bmatrix} 0 & \dot{\gamma}_{12} & 0 \\ \dot{\gamma}_{21} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (12)$$

Consideremos um material contido entre duas placas paralelas, uma das quais estacionária, e a outra forçada a mover-se em seu próprio plano, sob ação de uma força F aplicada paralelamente ao plano (Figura 8). A força F , aplicada sobre o plano 1 em direção 2, atuando sobre a placa, a qual apresenta área A , produz o componente do tensor tensão cisalhante τ_{12} .



$$\tau_{12} = \frac{F}{A} \quad (13)$$

Figura 8. Cisalhamento simples.

O deslocamento da placa resulta em deslocamento relativo de todos os elementos na direção da força, resultando em uma deformação do material. Se o deslocamento do elemento localizado em δy é δx , a deformação cisalhante é dada por γ .

$$\gamma = \frac{\delta x}{\delta y} \quad (14)$$

A tensão constante sobre a placa resulta em constante velocidade de deformação v . Se a velocidade na posição δy é δv , a taxa de cisalhamento é $\dot{\gamma}$.

$$\dot{\gamma} = \frac{\delta \gamma}{\delta t} = \frac{v}{H} \quad (15)$$

Pela segunda lei do movimento de Newton, a taxa de variação do momento de um corpo é proporcional à resultante da força aplicada, com a variação em direção da força. Assim, a velocidade de deslocamento do material varia, sendo máxima junto à placa e decrescente à medida que se afasta dela.

Na geometria simplificada do conjunto cilindro-rosca (Figura 6) e sob condições de escoamento laminar em regime, assumindo fluido isotrópico, homogêneo e contínuo, a taxa de cisalhamento nominal da rosca é dado por:

$$\dot{\gamma}_z = \frac{v_z}{H} \quad (16)$$

$$\dot{\gamma}_x = \frac{v_x}{H} \quad (17)$$

De acordo com Steffe (1996), a taxa de cisalhamento gerada no processo de extrusão de cereais e rações, está na faixa de 0 a 10^3 s^{-1} . A taxa de cisalhamento nominal na extrusora pode ser estimada, se conhecida a velocidade da rosca e a profundidade do canal da rosca.

A tensão cisalhante na parede do orifício da matriz τ_m pode ser calculada:

$$\tau_m = \frac{\Delta P r}{2L} \quad (18)$$

onde ΔP é a diferença de pressão ao longo da matriz, r é o raio do orifício da matriz, e L é o comprimento interno do orifício da matriz.

É possível deduzir a taxa de cisalhamento ($\dot{\gamma}_r$) no fluido no canal da rosca e nos espaços livres entre as hélices e a parede do cilindro:

$$\dot{\gamma}_r = \frac{\pi N D}{Y} \quad (19)$$

onde Y é a profundidade do canal da rosca (H), ou o espaço entre a hélice e o cilindro (δ), N é a rotação da rosca, e D é o diâmetro do cilindro.

Viscosidade aparente η pode ser calculada a partir da tensão e taxa de cisalhamento:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}_a} \quad (20)$$

A viscosidade no orifício da matriz pode ser calculada indiretamente medindo-se a queda de pressão através de diferentes matrizes em função da vazão. A taxa aparente de

cisalhamento $\dot{\gamma}_a$ é proporcional ao escoamento volumétrico Q quando o raio do orifício a matriz é r .

$$\dot{\gamma}_a = \frac{4Q}{\pi.r^3} \quad (21)$$

O perfil do escoamento esperado em extrusoras de alimentos é do tipo laminar (HARPER, 1992). O escoamento turbulento é raro em fluídos viscosos em capilares sob pressão (STEFFE, 1996; RAO e ANANTHESWARAN, 1982). O critério básico para escoamento laminar é que o número de Reynolds seja menor que 2100 para fluídos newtonianos. Para fluídos não-newtonianos, regidos pela Lei da Potência, como o caso dos alimentos, o escoamento é laminar se:

$$N_{Re,lp} < \frac{6464n(2+n)^{\frac{(2+n)}{(1+n)}}}{(1+3n)^2} \quad (22)$$

onde $N_{Re,lp}$ é o número de Reynolds para fluidos com características reológicas regidas pela Lei da Potência, e n é o índice de comportamento do escoamento ($n < 1$ para fluídos pseudoplásticos e $n = 1$ para fluídos newtonianos).

O número de Reynolds para fluídos regidos pela Lei da Potência é dado por:

$$N_{Re,lp} = \left[\frac{D^n (v_m)^{2-n}}{\rho(8^{(n-1)} K)} \right] \left[\frac{(4n)}{(3n+1)} \right]^n \quad (23)$$

onde v_m é a velocidade média do escoamento no canal, D é o diâmetro do canal e K é o coeficiente de consistência do fluído. Os modelos (como Lei da Potência) e as constantes (como n e K) que representam as características reológicas dos alimentos e o cálculo do vetor velocidade de escoamento (u_m) serão discutidos mais adiante.

Uma classificação simples do comportamento reológico do material (Figura 9) dá o ponto de partida prático para decisão do teste reológico a ser realizado em um fluído desconhecido.

Considera-se que o fluído sofrerá deformação contínua, sem ruptura, quando submetido à tensão cisalhante constante, enquanto o sólido geralmente assume uma configuração estática de equilíbrio sob tais circunstâncias (DARBY, 1976).

Todos os materiais são viscoelásticos, mas suas características viscosas ou elásticas

podem dominar em certas situações. Se o material é um sólido elástico ideal, o tempo característico de sua resposta tende ao infinito ($t_{\text{material}} = \infty$), e nenhum escoamento ocorre sob tensão. Para um material viscoso ideal, $t_{\text{material}} = 0$ e o escoamento é imediato.

Por tais considerações depreende-se que a classificação dos materiais entre sólidos e fluídos é relativa, e depende do tempo característico necessário para o material (t_{material}) responder à variação da tensão ou deformação ao qual é submetido durante o processo em estudo (t_{processo}).

O número de Débora (N_{De}) considera o tempo característico do processo como fator ao caracterizar o material como sólido ou fluído e é dado por:

$$N_{De} = (t_{\text{material}}) \cdot (t_{\text{processo}})^{-1} \quad (24)$$

Se $N_{De} \ll 1$, a tensão é proporcional à viscosidade multiplicado pela taxa de cisalhamento e o material comporta-se como um fluído viscoso. Por outro lado, se $N_{De} \gg 1$, a tensão é proporcional ao módulo de rigidez multiplicado pela deformação específica, e o material comporta-se como um sólido elástico. Se $N_{De} = 1$, o material apresenta comportamento viscoelástico. N_{De} para processos de extrusão tende a ser baixo, indicando predominância do comportamento viscoso dos alimentos extrusados (STEFFE, 1996)

Para fluídos newtonianos, medidas de tensão de cisalhamento e taxa de cisalhamento em diferentes magnitudes indicam uma proporcionalidade direta entre ambos:

$$\tau = \frac{\mu}{\dot{\gamma}} \quad (25)$$

onde μ é o coeficiente de proporcionalidade chamado viscosidade, expressa em dina-sec/cm² (100 dina-sec/cm² = centipoise (cP) = mPa.s).

Quaisquer fluídos para os quais a relação entre tensão e taxa de deformação cisalhante não possa ser descrita pela equação 25 são ditos não-newtonianos.

Muitos fluidos não-newtonianos não são puramente viscosos. No entanto, medidas de tensão e deformação cisalhante podem ser feitas para tais materiais em escoamentos cisalhantes estáveis, e a relação destas quantidades pode ser definida como uma característica reológica análoga à viscosidade newtoniana (DARBY, 1976).

Pelo fato desta relação entre tensão e deformação cisalhante não ser constante para fluídos não-newtonianos, ela define uma função referida como *viscosidade aparente*:

$$\eta(\dot{\gamma}) = \frac{\tau}{\dot{\gamma}_a} \quad (26)$$

Estes fluídos são classificados pela maneira como a tensão varia com a taxa de cisalhamento.

Os fluidos viscoplásticos (plástico Bingham) comportam-se como um sólido rígido quando submetidos à tensão cisalhante menor que certo valor (τ_0). Para tensões maiores que τ_0 , o viscoplástico escoar como fluído, com tensão cisalhante relacionando-se à taxa de cisalhamento por função linear.

Os fluídos pseudoplásticos ("shear thinning") apresentam decréscimo da viscosidade aparente à medida que se aumenta a taxa de cisalhamento. Outros materiais, ditos dilatantes ("shear thickening") aparentemente "expandem" quando submetidos à tensão cisalhante, e exibem aumento da viscosidade aparente com aumento da taxa de cisalhamento.

Tixotropia é freqüentemente confundida com o comportamento pseudoplástico. Entretanto a tixotropia é um efeito dependente do tempo, enquanto a pseudoplasticidade é um efeito dependente da taxa de cisalhamento. A tixotropia refere-se à diminuição da viscosidade aparente com o tempo sob taxa de cisalhamento constante, que pode ser reversível. A reopexia é o oposto deste fenômeno.

Os alimentos sob extrusão comportam-se como fluídos não-newtonianos e sua viscosidade pode ser descrita como um fluído regido pela Lei da Potência (REMSSEN e CLARK, 1978; RAO e ANANTHESWARAN, 1982; SINGH e SMITH, 1999; EERIKAINEN e LINKO, 1998):

$$\tau = k\dot{\gamma}^n \quad (27)$$

onde τ é a tensão de cisalhamento (Pa), k é o índice de consistência (Pa.s^n), $\dot{\gamma}$ é a taxa de cisalhamento (s^{-1}), e n é o índice de comportamento do escoamento ($n < 1$ para fluidos pseudoplásticos).

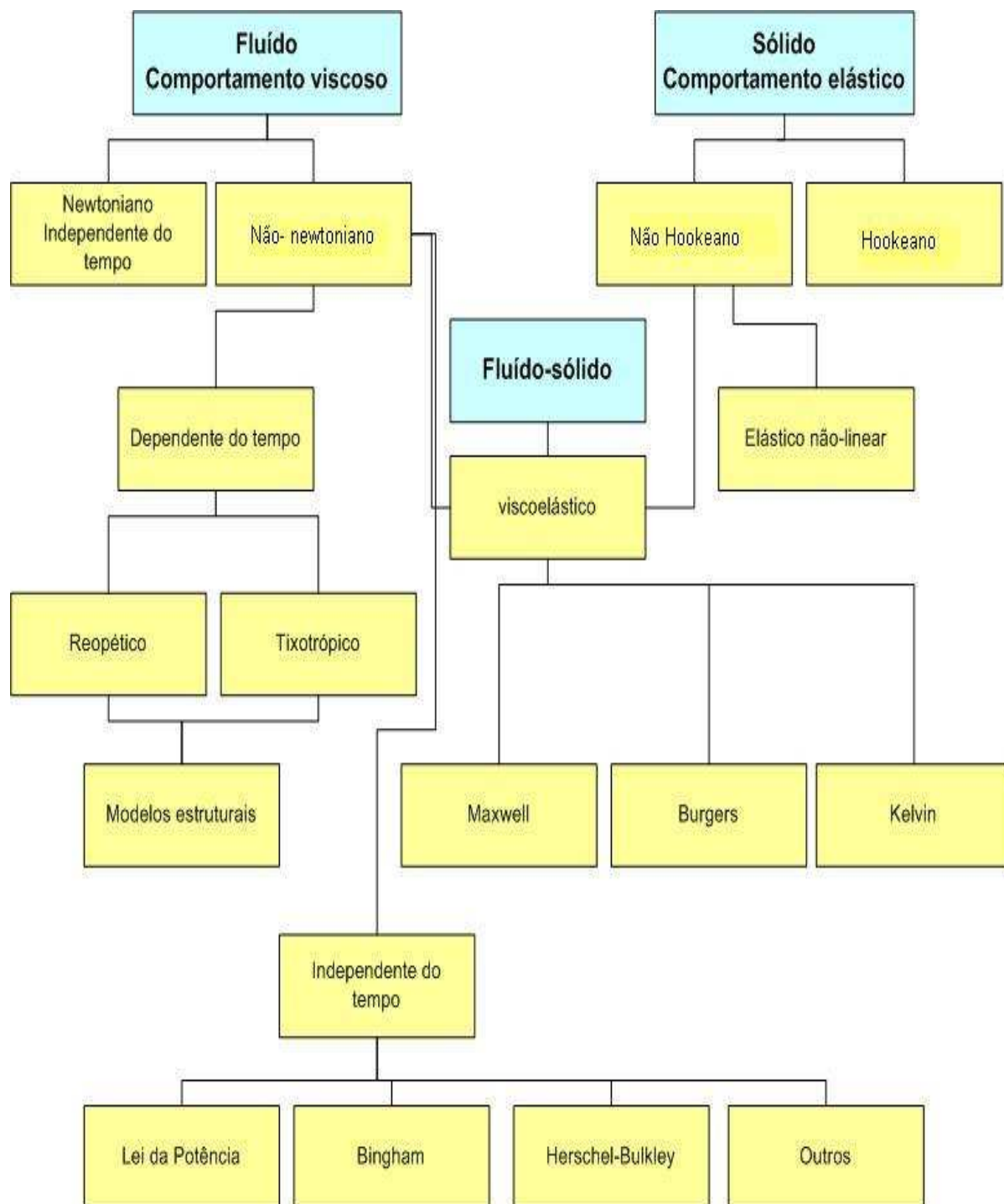


Figura 9. Classificação simplificada do comportamento reológico (STEFFE, 1996).

A viscosidade aparente de materiais biológicos depende, além da taxa de cisalhamento, da sua umidade e da temperatura do processo. Um termo exponencial explica a relação entre a viscosidade aparente e a umidade da massa, e a relação de Arrênius pode ser utilizada para descrever o efeito da temperatura sobre parâmetros reológicos (RAO e ANANTHESWARAN, 1982).

Assim, um modelo empírico combinando taxa de cisalhamento, temperatura do processo e umidade da massa pode formar expressão única (HARPER et al., 1971, MACKEY et al., 1989)

$$\eta = k_{\dot{\gamma}, T, U} (\dot{\gamma})^{\bar{n}-1} e^{\left[\left(\frac{Ea}{RT} \right) + B(U) \right]} \quad (28)$$

onde, \bar{n} é o índice médio de comportamento do escoamento, Ea é a energia de ativação para viscosidade, R é a constante universal dos gases e U é a umidade do material.

A pressão também pode influenciar a viscosidade do fluido sob extrusão, porém torna-se desprezível abaixo de 36 MPa (RAUWENDAAL, 1994).

Cereais e oleaginosas sob extrusão estão sofrendo transformações irreversíveis em função do cozimento. Desta forma, o histórico tempo-temperatura do processo influencia as características reológicas do produto (JASBERG et al., 1981). Em termos práticos, isso significa que o tempo de residência do material no extrusor pode influenciar a resposta reológica do estudo.

7. Reometria

Os instrumentos utilizados para mensuração das propriedades reológicas dos alimentos podem ser classificados em 3 categorias: fundamental, empírica e imitativa (RAO, 1995).

A Figura 10 apresenta os escoamentos viscométricos. São assim designados pelo fato destes sistemas de deformação ser comumente utilizados para determinação de propriedades viscosas. Para tais sistemas convenientemente se denominam os eixos xyz , de modo que a direção z coincida com a direção do componente velocidade diferente de zero, e a direção y

com a direção na qual a velocidade varia. Assim, em cada caso a taxa de cisalhamento envolve apenas o gradiente do componente velocidade diferente de zero na direção y .

Testes fundamentais mensuram propriedades bem definidas, utilizando geometrias compatíveis com a análise do escoamento. Vários instrumentos são empregados para estas medições via métodos fundamentais, como o viscosímetro capilar, cilindro concêntrico, prato-cône e placas paralelas.

O reômetro capilar é um equipamento que permite a mensuração das características reológicas para materiais que requerem ampla variação de taxas de escoamento e temperatura.

As suposições básicas para a mensuração do comportamento reológico pelo reômetro capilar: escoamento do fluido em regime e laminar, operação isotérmica e ausência de deslizamento na interface fluido-parede do capilar, fluido incompressível e as propriedades não serem dependentes da pressão ou do tempo.

Considerando um fluido escoando através de um tubo de comprimento (L) e raio interno (R), a queda de pressão (δP) ao longo do comprimento é a causadora do escoamento. O balanço de força sobre uma porção anular do fluido (Figura 11) com raio r e comprimento L , equacionando a tensão cisalhante causando escoamento e a tensão cisalhante resistindo ao escoamento (o fluido), resulta:

$$(\delta P)\pi r^2 = \tau 2 \pi r L \quad (29)$$

que pode ser resolvido para τ :

$$\tau(r) = \frac{\Delta P \cdot r}{2L} \quad (30)$$

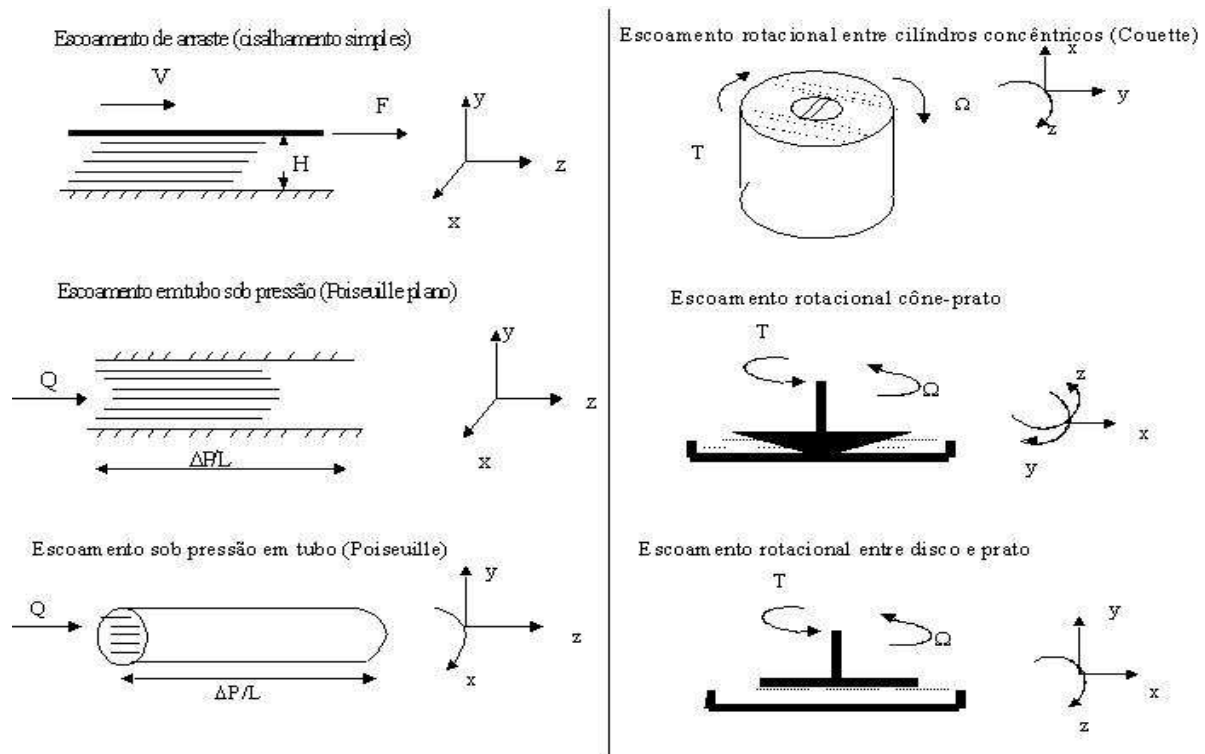


Figura 10. Escoamentos viscométricos. Força (F), velocidade (v), escoamento volumétrico(Q), queda de pressão ao longo do capilar ($\Delta P/L$), torque (T), velocidade angular (Ω). (Fonte: STEFFE, 1996)

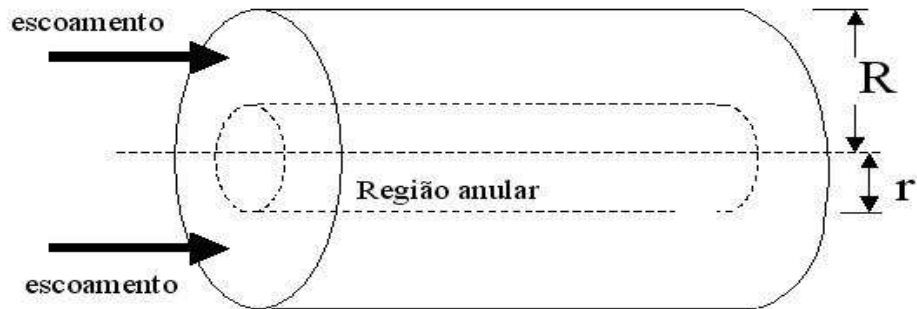


Figura 11. Escoamento Poiseuille (Fonte: STEFFE, 1996)

A equação 31 descreve a tensão cisalhante variando de zero na região central ($r=0$) ao máximo na parede do tubo ($r=R$):

$$\tau(r) = \frac{\Delta P \cdot R}{2L} \quad (31)$$

A equação Rabinowitsch-Mooney expressa a relação entre tensão cisalhante e taxa de cisalhamento em um tubo:

$$\frac{Q}{\pi.R^3} = \frac{\int_0^{\tau_p} \tau^2 f(\sigma).d\tau}{\tau_p} \quad (32)$$

Reescrevendo a equação (32) pela definição para fluido newtoniano da equação (25), integrando e substituindo a tensão cisalhante na parede do tubo dada pela equação (31), resulta a equação de Poiseuille- Hagen para o escoamento volumétrico em um tubo:

$$Q = \frac{\pi(\Delta P)R^4}{8L\mu} \quad (33)$$

Reescrevendo a equação (33) pela definição do fluido newtoniano dado em (25), resulta:

$$\dot{\gamma}_p = \frac{4Q}{\pi.R^3} \quad (34)$$

em que $\dot{\gamma}_p$ é a taxa de cisalhamento na parede do tubo.

A tensão de cisalhamento na parede do capilar (τ_{pc}) pode ser relacionada à queda de pressão ao longo do capilar (ΔP_c) pela equação:

$$\tau_{pc} = \frac{\Delta P_c . D_c}{4L_c} \quad (35)$$

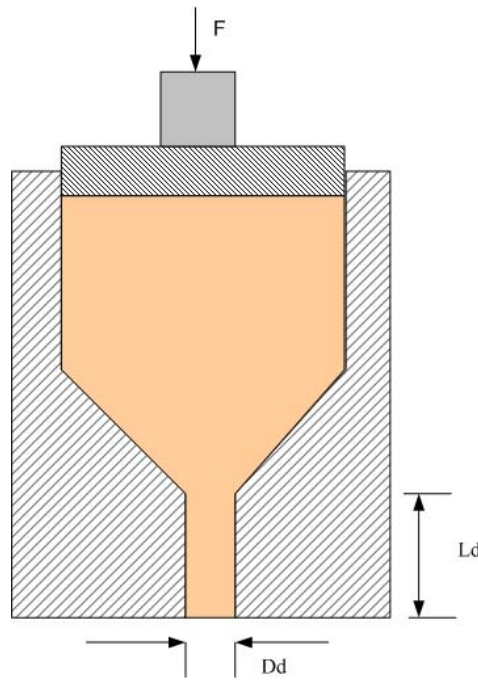


Figura 12. Desenho esquemático do reômetro Capilar,
Ld - comprimento da matriz; Dd - diâmetro interno da matriz, F - força aplicada

A estimativa da queda da pressão ao longo do capilar requer algumas correções (STEFFE, 1996). Há uma perda de pressão causada pela aceleração do fluido que passa da velocidade no cilindro para a velocidade no capilar. Também, no extremo final do capilar, há uma perda de pressão pela saída divergente do fluido. Ambas, porém, são pequenas e desprezíveis.

No entanto, a perda de pressão na entrada do capilar, devido à convergência do fluido e perda de energia cinética, deve ser levada em conta. Para esta correção, as medições são feitas com dois capilares de mesmo diâmetro, porém com comprimentos diferentes, sendo um capilar com comprimento próximo de zero ($L_c = 0$), e outro com relação comprimento:diâmetro acima de 20. Assim, ΔP_c pode ser calculada:

$$\Delta P_c = \frac{4[F_p(L_c) - F_p(L_c = 0)]}{\pi.D_p^2} \quad (36)$$

Esta correção para efeitos de entrada e saída do escoamento no capilar, também é feita pela mensuração dos parâmetros reológicos do material em capilares de diferentes dimensões (RAO, 1995; PADMANABHAN e BHATTACHARYA, 1989; JAO e CHEN,

1978).

A taxa de cisalhamento aparente na parede do capilar ($\dot{\gamma}_{ap}$) pode ser determinada a partir do escoamento Q_c no capilar:

$$\dot{\gamma}_{ap} = \frac{32Q}{\pi.D_c^3} \quad (37)$$

E o escoamento Q_c é determinado pela área e velocidade (v_p) do pistão:

$$Q_c = \frac{v_p \pi.D_p^2}{4} \quad (38)$$

Por fim a viscosidade aparente (η) pode ser determinada:

$$\eta = \frac{\tau_{pc}}{\dot{\gamma}_{ap}} \quad (39)$$

O termo taxa de cisalhamento aparente e viscosidade aparente é usada pois a expressão (25) só é válida para fluidos Newtonianos.

A taxa de cisalhamento na parede do capilar ($\dot{\gamma}_p$) é obtida pela correção de Rabinowitsch:

$$\dot{\gamma}_p = \frac{3n+1}{4n} \cdot \dot{\gamma}_{ap} \quad (40)$$

O índice n pode ser calculado, e representa o comportamento do fluido sob cisalhamento (SINGH e SMITH, 1999):

$$n = \frac{\delta(\log.\tau_{pc})}{\delta(\log \dot{\gamma}_{ap})} \quad (41)$$

CAPÍTULO III

EXPERIMENTOS

As coletas de dados para a confrontação das hipóteses sugeridas nesta tese foram divididas em seis experimentos, que serão apresentados na forma de relatórios científicos nas Seções a seguir.

O primeiro trabalho descreve o desenho e construção de um reômetro capilar para caracterização das propriedades mecânicas de alimentos para animais, e é apresentado na Seção 1.

A segunda Seção apresenta a caracterização reológica de uma mistura de alimentos para animais, representativa de uma ração prática para animais de corte da indústria nacional.

A terceira Seção descreve o método utilizado para a determinação dos parâmetros termobacteriológicos de esporos do *Bacillus stearothermophilus*, bem como seus resultados.

A Seção 4 apresenta os resultados da viabilidade dos esporos submetidos à tensão mecânica controlada, utilizando-se do reômetro capilar.

As Seções 5 e 6 descrevem os experimentos com a máquina extrusora, onde são estudadas as propriedades funcionais dos extrusados e a viabilidade celular dos esporos em função das variáveis de operação da máquina e do processo.

As hipóteses, os objetivos e conclusões de cada experimento são independentes entre si, e as Seções podem ser lidas em qualquer ordem. No entanto, a sequência didática desta apresentação permite que o leitor acompanhe o raciocínio construído que resultará nas discussões e conclusões gerais, nos Capítulos IV e V.

**PROJETO E CONSTRUÇÃO DE REÔMETRO CAPILAR PARA CARACTERIZAÇÃO
DE MISTURAS DE ALIMENTOS PARA ANIMAIS SUBMETIDOS À EXTRUSÃO**

RESUMO: O princípio da reometria é relativamente simples e a construção de aparelhos para avaliação do comportamento reológico de materiais pode ser realizada com poucos investimentos. O presente trabalho teve por objetivo projetar e construir um reômetro capilar para caracterizar ingredientes e misturas utilizadas em alimentação animal. O reômetro foi projetado para ser utilizado acoplado a uma máquina universal de ensaios, sendo apresentados sua descrição e dimensionamento. Testes de funcionamento demonstraram que o reômetro permitiu extrusar amostras de grãos de milho e soja moídos, sem quaisquer interferências de atrito entre o pistão e o cilindro, ou refluxo de amostra. Baseado na fundamentação teórica de reologia de materiais, foi possível a construção de um reômetro fundamental utilizando materiais e operações simples de tornearia.

PALAVRAS-CHAVE: reômetro, reologia, propriedades mecânicas de materiais.

**DESIGN AND CONSTRUCTION OF A CAPILLARY RHEOMETER
TO CHARACTERIZE FEED INGREDIENTS AND MIXTURES**

ABSTRACT: The fundamentals of rheometry are relatively simple, and it is possible to build a device to measure rheological behavior of materials employing few resources. The aim of this paper is to describe the design and construction of a capillary rheometer to work attached to an universal testing machine to characterize feed ingredients. It is presented a detailed equipment description and dimensioning. Tests showed that the rheometer was able to extrude a mixture of ground corn and soybean samples without any detectable friction among moving parts, neither any mass reflux between piston and cylinder. Based on fundamentals of rheology, it was possible to build a capillary rheometer utilizing simple materials and operations usually available in an engineering laboratory.

KEYWORDS: rheometer, rheology, mechanical properties of materials

INTRODUÇÃO

A reologia pode ser definida como o estudo da deformação e escoamento da matéria, ou a resposta dos materiais à aplicação de tensão e deformação (STEFFE, 1996).

Os reômetros são instrumentos que permitem determinar a taxa de cisalhamento em dado escoamento e a tensão cisalhante correspondente, e podem ser classificados em 3 categorias: fundamentais, empíricas e imitativas (RAO, 1992). Vários instrumentos são empregados para estas medições via métodos fundamentais, como o reômetro capilar, cilindro concêntrico, prato-cône e placas paralelas.

Três requerimentos são comuns aos dispositivos listados acima para a mensuração do comportamento reológico: escoamento laminar do fluido, operação isotérmica e ausência de deslizamento na interface fluido-parede do dispositivo. O reômetro capilar é um dispositivo que permite a mensuração das características reológicas para materiais submetidos à ampla variação de temperatura e taxas de cisalhamento.

Reômetros estão disponíveis no mercado, porém seu custo elevado pode inviabilizar sua aquisição. O fundamento básico da reologia é relativamente simples e com base neste conhecimento, pode-se projetar e construir um protótipo de reômetro com recursos relativamente simples.

O objetivo deste trabalho foi projetar e construir um reômetro capilar, para estudo do comportamento reológico de alimentos utilizados para produção de rações animais submetidos a várias taxas de deformação e temperatura, a ser utilizado acoplado a uma máquina universal de ensaios.

Aspectos teóricos

Considera-se que um fluido sofrerá deformação contínua, sem ruptura, quando submetido à tensão constante, enquanto um sólido geralmente assume uma configuração estática de equilíbrio sob tais circunstâncias (DARBY, 1979). O embasamento teórico aqui apresentado tem por objetivo a avaliação reológica de uma mistura de grãos de cereais e

oleaginosas moídos, sob extrusão, considerando-se o comportamento semelhante ao de um fluido. Discussão mais aprofundada, envolvendo a avaliação do tempo característico do processo e do material (Número de Débora), é descrito por Steffe (1996).

Para fluidos newtonianos, medidas de tensão de cisalhamento τ e taxa de cisalhamento $\dot{\gamma}$, em diferentes magnitudes, indicam uma proporcionalidade direta entre ambos:

$$\tau = \mu \dot{\gamma} \quad (1)$$

onde μ é o coeficiente chamado viscosidade, expressa em dina-sec/cm² (poise).

Qualquer fluido para o qual a relação entre tensão e taxa de deformação cisalhante não é descrita pela equação (1) é dito não-newtoniano.

Muitos fluidos não-newtonianos não são puramente viscosos. No entanto, medidas de tensão e deformação cisalhante podem ser feitas para tais materiais em escoamentos estáveis, e a relação destas quantidades pode ser definida como uma característica reológica análoga à viscosidade newtoniana (DARBY, 1979).

Pelo fato desta relação entre tensão e deformação cisalhante não ser constante para fluidos não-newtonianos, ela define uma função designada como *viscosidade aparente*:

$$\eta = f(\dot{\gamma}) = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (2)$$

A Figura 1 apresenta os escoamentos viscométricos, que são assim designados pelo fato destes sistemas de deformação serem comumente utilizados para determinação de propriedades viscosas. Para tais sistemas convenientemente se denominam os eixos xyz , de modo que a direção z coincida com a direção do componente velocidade diferente de zero, e a direção y com a direção na qual a velocidade varia. Assim, em cada caso, a taxa de cisalhamento envolve apenas o gradiente do componente velocidade na direção y .

Os instrumentos para testes fundamentais, como viscosímetro capilar, reômetro capilar, cilindro concêntrico, prato-cône e placas paralelas, mensuram propriedades bem definidas, utilizando geometrias compatíveis com a análise do escoamento viscométrico.

O reômetro capilar é um dispositivo que permite a mensuração das características reológicas de materiais submetidos à ampla variação de taxas de cisalhamento e temperatura.

As suposições básicas para a mensuração do comportamento reológico no reômetro capilar são: escoamento laminar do fluido, em regime, operação isotérmica, ausência de

deslizamento na interface fluido-parede do capilar e fluido incompressível. Também se considera que as propriedades sejam independentes da pressão ou do tempo.

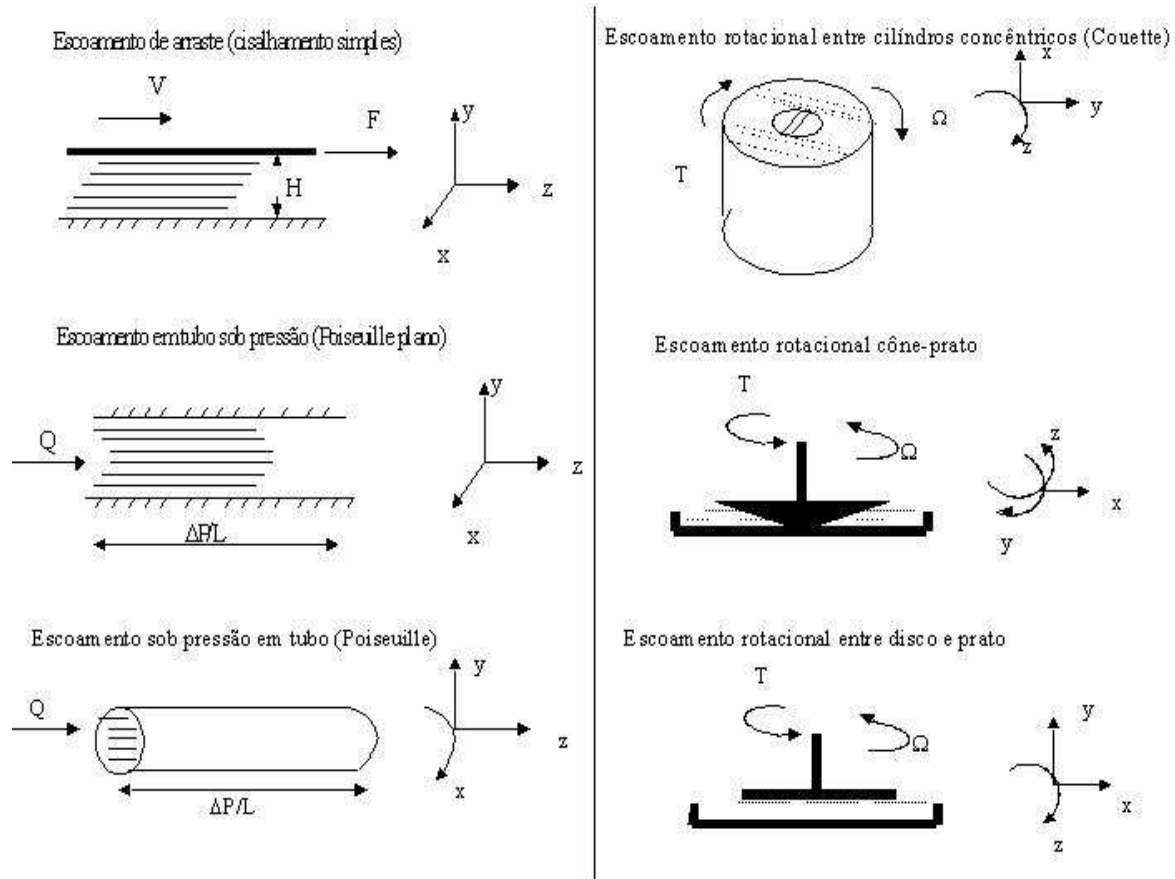


FIGURA 1. Escoamentos viscométricos. Força (F), velocidade (V), escoamento volumétrico(Q), queda de pressão ao longo do capilar ($\Delta P/L$), torque (T), velocidade angular (Ω).

Considerando um fluido escoando através de um tubo de comprimento (L) e raio interno (R), a queda de pressão (δP) ao longo do comprimento é a causa do escoamento. O balanço de força sobre uma porção anular do fluido (Figura 2) com raio r e comprimento L, equacionando a tensão cisalhante causadora do escoamento e a tensão cisalhante resistindo ao escoamento (o fluido), resulta:

$$(\delta P)\pi r^2 = \tau 2 \pi r L \quad (3)$$

que pode ser resolvido para τ :

$$\tau = \frac{(\delta P)r}{2L} \quad (4)$$

A equação (4) descreve a tensão cisalhante variando de zero na região central ($r = 0$) ao máximo na parede do tubo τ_p ($r = R$), onde a equação pode ser escrita como:

$$\tau_p = \frac{(\delta P)R}{2L} \quad (5)$$

A equação Rabinowitsch-Mooney expressa a relação entre tensão cisalhante e taxa de cisalhamento em um tubo:

$$\frac{Q}{\pi R^3} = \frac{\int_0^{\tau_p} (\sigma)^2 f(\sigma) d\tau}{\tau_p} \quad (6)$$

Rescrevendo a equação (6) pela definição para fluido newtoniano da equação (1), integrando e substituindo a tensão cisalhante na parede do tubo dada pela equação (5), resulta a equação de Poiseuille- Hagen para o escoamento volumétrico em um tubo:

$$Q = \frac{\pi(\delta P)R^4}{8L\mu} \quad (7)$$

Reescrevendo a equação (7) pela definição do fluido newtoniano dado em (1), resulta:

$$\dot{\gamma}_p = \frac{4Q}{\pi R^3} \quad (8)$$

em que $\dot{\gamma}_p$ é a taxa de cisalhamento na parede do tubo.

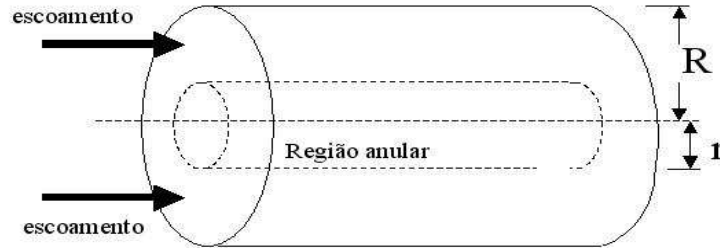


Figura 2. Escoamento Poiseuille (Fonte: STEFFE, 1996)

Baseado na equação (5), a tensão de cisalhamento na parede do capilar τ_{pc} pode ser relacionada à queda de pressão ao longo do capilar (ΔP_c) pela equação:

$$\tau_{pc} = \frac{\Delta P_c D_c}{4L_c} \quad (9)$$

A estimativa da queda da pressão ao longo do capilar requer algumas correções (STEFFE, 1996; DARBY 1979). Há uma perda de pressão causada pela aceleração do fluido que passa da velocidade no cilindro para a velocidade no capilar. Também, no extremo final do capilar, há uma perda de pressão pela saída divergente do fluido. Ambas, porém, são pequenas e desprezíveis. Além disto, considera-se que a perda de energia cinética na entrada do capilar seja corrigida pelos métodos de correção dos efeitos de entrada (STEFFE, 1996).

A perda de pressão na entrada do capilar, devido à convergência do fluido e perda de energia cinética, deve ser levada em conta. Para esta correção, as medições são feitas com dois capilares de mesmo diâmetro, porém com comprimentos diferentes, sendo um capilar com comprimento próximo de zero ($L_c = 0$), e outro com relação comprimento:diâmetro conhecido (RAUWENDAAL, 1994). Assim, ΔP_c pode ser calculada:

$$\Delta P_c = \frac{4[F_p(L_c) - F_p(L_c = 0)]}{\pi D_p^2} \quad (10)$$

onde D_p é o diâmetro do pistão e F_p é a força aplicada ao pistão. A força média é obtida a partir das curvas de tensão-deformação, quando há estabilização dos dados, que indica o escoamento laminar em regime.

Com base na equação (8), substituindo $R = D/2$, a taxa de cisalhamento aparente na parede do capilar ($\dot{\gamma}_{ap}$) pode ser determinada a partir do escoamento volumétrico Q_c no capilar e diâmetro interno do capilar D_c :

$$\dot{\gamma}_{ap} = \frac{32Q_c}{\pi D_c^3} \quad (11)$$

E o escoamento Q_c é determinado pela área e velocidade v_p do pistão:

$$Q_c = \frac{v_p \pi D_p^2}{4} \quad (12)$$

Por fim a viscosidade aparente (η_{ap}) pode ser determinada:

$$\eta_{ap} = \frac{\tau_{pc}}{\dot{\gamma}_{ap}} \quad (13)$$

MATERIAL E MÉTODOS

Construção do reômetro. Um reômetro capilar foi projetado e construído para estudos de reologia de ingredientes moídos para rações animais, de modo semelhante ao descrito por Morgan et al. (1978) e Morita et al. (2005). Os desenhos técnicos das peças são apresentados no Anexo.

O reômetro projetado no presente trabalho é composto de pistão, pino e anel de alinhamento do pistão, cilindro, suporte da matriz, matrizes e placas e hastes de sustentação do reômetro. O material utilizado foi o aço inoxidável 304, exceto para as placas e hastes de sustentação, onde se utilizou aço carbono. O serviço de tornearia de precisão foi realizado no Centro de Tecnologia da Unicamp.

Para construção do cilindro do capilar, foi utilizado um tubo sem costura, com 150 mm de comprimento e 24,3 e 33 mm de diâmetros interno e externo, respectivamente, com 0,8 μ m de rugosidade. Projetou-se o diâmetro interno com tolerância de +0,05 mm. O pistão foi construído para impulsionar o material de teste contra a matriz, usinado a partir de uma peça maciça. Para evitar a ocorrência de atrito entre a parede interna do cilindro e o pistão, este foi usinado de forma a apresentar um perfil afilado-reto próximo a sua extremidade de trabalho, no formato de êmbolo. O corpo do pistão mede 140 mm de comprimento e 24 mm de diâmetro, exceto no êmbolo, cujo diâmetro foi de 24,3 com a tolerância de -0,05 mm, de forma a evitar refluxo de material entre o êmbolo e a parede interna do cilindro durante a extrusão, porém permitindo movimento deslizante entre as peças. Para reforçar esta característica do pistão, sua face de trabalho foi usinada em formato convexo.

A força motriz para o deslizamento do pistão foi gerado pelo motor elétrico da máquina de testes universal, cujo pistão é movimentado por uma rosca sem-fim única. Para evitar a transferência da oscilação da rosca em movimento para o pistão, foi construído um pino de extremidade hemisférica, rosqueável à célula de carga ligada à prensa, cuja face convexa encaixa-se na extremidade superior do pistão, de formato côncavo, onde uma camada de óleo permite a redução do atrito durante o trabalho. Para evitar movimentos pendulares do pistão durante seu deslizamento pelo cilindro, um anel foi usinado para encaixar-se na extremidade de entrada do cilindro e dar sustentação e alinhamento ao pistão.

O conjunto cilindro-pistão fica apoiado sobre uma estrutura formada por uma base de 130 x 130 mm, onde se assentam quatro hastes sextavadas, de 160 mm de comprimento, que sustentam outra placa de aço de 130 x 130 mm, em cujo centro o cilindro é rosqueado. As tolerâncias de paralelismo, coaxialidade e perpendicularidade entre as peças foram de $\pm 0,01$ mm.

O suporte da matriz consiste de uma peça cilíndrica vazada, com 10 mm de comprimento, rosqueada internamente na extremidade final do cilindro, de forma que o diâmetro interno deste é reduzido para 18 mm. A matriz consiste de uma peça cilíndrica vazada, com diâmetro externo de 24,3 mm, tolerância de -0,05 mm, e assenta-se sobre a parede do suporte da matriz. A entrada da matriz forma um ângulo de 45 graus em relação a sua parede interna, na forma de funil, para reduzir a queda de pressão na entrada do material. Foram construídas diversas matrizes com diferentes diâmetros internos e comprimentos (Anexo 5).

O estudo da reologia dos materiais leva em conta a energia térmica envolvida nos processos de interesse. Assim, projetou-se um sistema de aquecimento com resistência elétrica de 500W, que envolve a parede externa do cilindro (HG Resistências, Campinas, Brasil). O controle da temperatura é realizado por um módulo digital (Tholz, Campo Bom, Brasil) que garante temperatura na parede externa do cilindro de até $400 \pm 1^\circ\text{C}$.

Avaliação do funcionamento do reômetro. Para avaliar o funcionamento do reômetro, este foi acoplado a uma máquina universal de ensaios (Canners Machinery Ltda, Canadá), equipada com uma célula de carga, do tipo S, com capacidade máxima para 2500 N.

Amostras de milho e soja foram moídas em moinho de facas, e misturadas na proporção 70:30 (m:m), simulando uma ração para animais. Sua granulometria foi determinada segundo a metodologia ANSI/ASAE S319.3 (ASAE, 2004) e o diâmetro geométrico médio das partículas foi de $650 \pm 1,4 \mu\text{m}$.

A seguir, alíquotas do material foram umidificadas em 3 níveis diferentes, mantidas sobre refrigeração (7°C) por 12 horas para equilíbrio da umidade, e sua determinação foi feita pelo método gravimétrico, com utilização de estufa de ar forçado, a 105°C por 24 horas, resultando em $29,04 \pm 0,08$, $31,91 \pm 1,01$ e $34,98 \pm 0,30\%$ (média \pm erro padrão, base úmida).

Procedeu-se a extrusão das amostras em triplicata, mantendo-se a taxa de deformação constante, com velocidade de 0,46 mm/s. A força aplicada foi registrada por sistema de aquisição de dados (Spider 8, Huttinger Balchuin Messtechnik, Alemanha). Foi permitido um tempo de aquecimento da massa por um período de 4 min, e a temperatura foi confirmada em 80, 120 ou 160 °C, com auxílio de um termopar introduzido na saída da matriz. O diâmetro interno e o comprimento da matriz utilizada foram 6 e 33,5 mm, respectivamente.

O reômetro foi projetado com tolerâncias para permitir movimento deslizante entre as peças, e minimizar a ocorrência de refluxo de amostra entre as paredes do cilindro e pistão. Para avaliar a ausência de atrito entre cilindro, pistão e anel de vedação, procedeu-se a avaliação e registro da tensão necessária para o deslocamento do pistão com o reômetro vazio. Para avaliar a ocorrência de refluxo de amostra, procedeu-se a inspeção das paredes do cilindro e pistão após cada tratamento.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Avaliação do funcionamento do reômetro. Alguns aspectos do reômetro construído podem ser observados na Figura 3. Durante o desenvolvimento deste dispositivo, grande atenção foi dada ao processo de usinagem para garantir as tolerâncias de dimensão projetadas. Durante os testes de funcionamento do reômetro vazio, de 80 a 160 °C, observou-se ruído desprezível (0,20 a 0,01%) no registro da força aplicada sobre o pistão, indicando ocorrência desprezível de atrito entre pistão e cilindro, causados por imperfeições nas paredes destes, ou por falta de alinhamento entre estas peças e o eixo da prensa (Figura 4). A oscilação da tensão observada na Figura 4 pode ser explicada pelo movimento de rotação do eixo acionador da máquina universal de ensaios.

Tampouco se observou refluxo de material entre o pistão e o cilindro. A tolerância máxima projetada entre a cabeça do pistão e a parede interna do cilindro foi de 0,1 mm, o que está bem abaixo da granulometria dos ingredientes moídos correntemente utilizada nas fábricas de ração. Os estudos prevêm o aquecimento da parede do cilindro, porém se prevê alterações desprezíveis desta tolerância decorrente da dilatação tanto do cilindro quanto do pistão*.

*Aço - coeficientes de dilatação linear, superficial e volumétrico de $1,2 \times 10^{-5}$; $2,4 \times 10^{-5}$ e $3,6 \times 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ respectivamente.

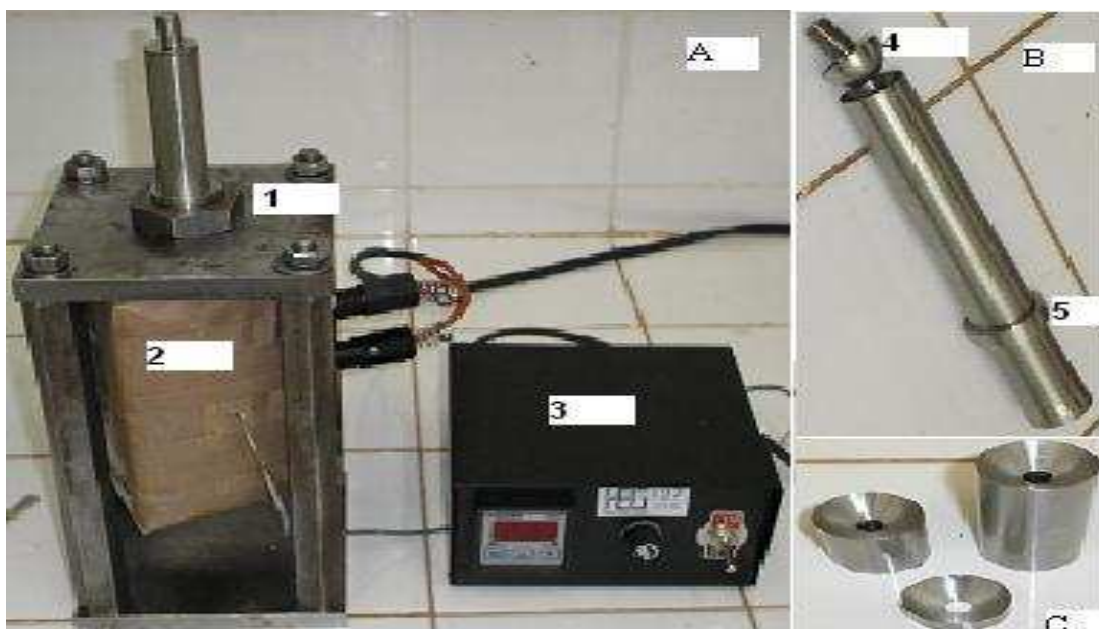


FIGURA 3. A. 1. Reômetro capilar, 2. resistência elétrica e 3. controlador digital de temperatura; B. 4. Pino e 5. anel de alinhamento do pistão e pistão; C. Matrizes.

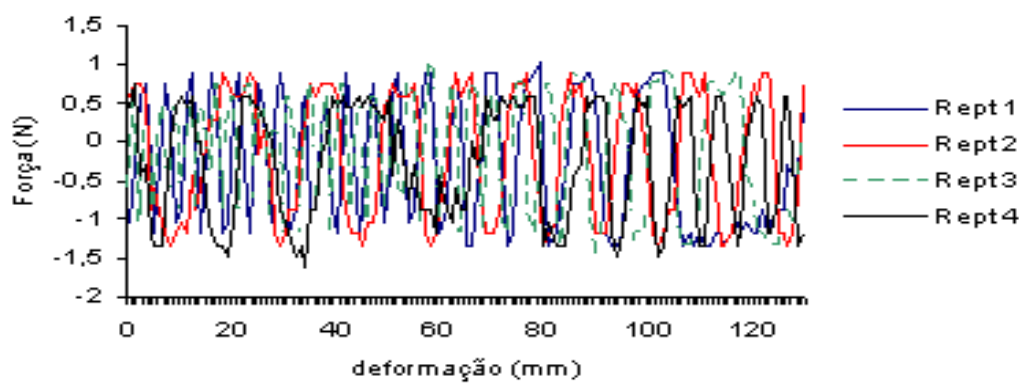


Figura 4. Curva de força registrada durante deslocamento do pistão com o reômetro vazio

Na Figura 5 é apresentada a curva de tensão-deformação típica para as amostras estudadas, com os pontos de *a* à *d* mostrando alterações da resposta da tensão em função da deformação imposta às amostras. O ponto *a* representa o momento em que o pistão em movimento toca a amostra e a tensão começa a aumentar. Do ponto *a* até *b* há um acúmulo de energia referente à deformação da amostra no interior do cilindro, porém ainda não se observa escoamento da amostra pelo capilar. O ponto *b* representa a tensão mínima necessária para o

rompimento da inércia e início do escoamento. A seção da curva de *c* à *d* representa a tensão em regime necessária para manter o escoamento constante, de onde se obtém a tensão média para os cálculos da tensão de cisalhamento.

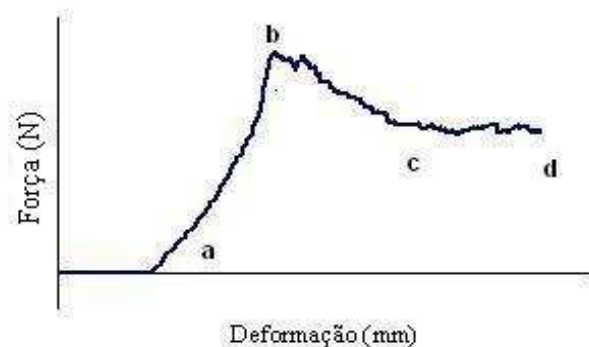


Figura 5. Curva de força e deformação obtida pelo escoamento das amostras através do reômetro capilar. a-b. Acúmulo da tensão correspondente à compressão da amostra e aumento da sua densidade; não há escoamento. b. Nível máximo de tensão que coincide com o início do escoamento. c-d. Tensão estável correspondente ao escoamento laminar em regime.

Na Figura 6 apresentam-se as curvas de tensão-deformação obtidas para as amostras estudadas, evidenciando que a umidade do material influencia o nível de tensão requerido para o escoamento das amostras pelo capilar.

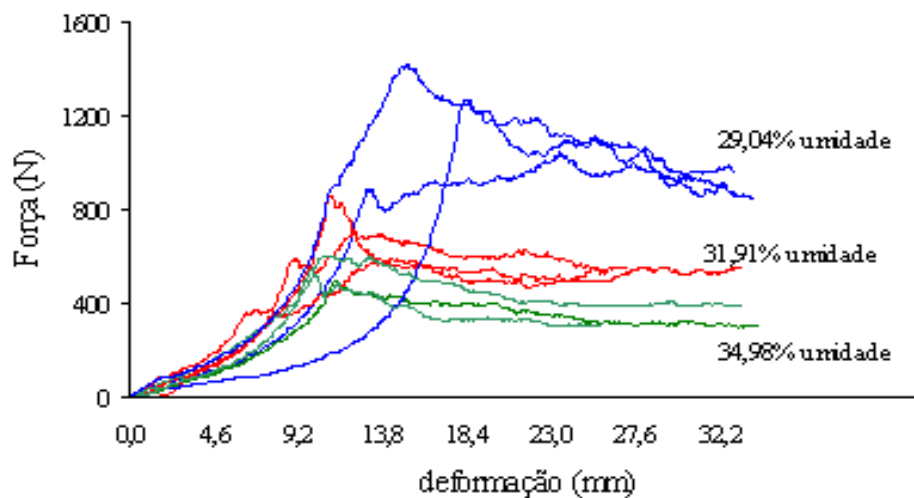


Figura 6. Curvas de força e deformação para as amostras em função do seu teor de umidade

Outros autores têm avaliado reologia de alimentos através da reometria capilar (SHIAU, 2004; YU e ANL, 2004; BREUILLET et al., 2002; STRAHM et al., 2000). Neste experimento, a técnica de reometria foi suficientemente sensível para diferenciar o requerimento de tensão para o escoamento das amostras em função da variação do nível de umidade.

CONCLUSÕES

Com base na fundamentação teórica da reometria, foi possível a construção de um reômetro capilar de baixo custo, utilizando-se de materiais e operações simples de tornearia.

REFERÊNCIAS

- ASAE. Method of determining and expressing fineness of feed materials by sieving. ANSI/ASAE S319.3. In: ASAE. **Agricultural Engineers Yearbook of Standard**. St. Joseph:ASAE, 51 ed., 2004. p.578-81.
- BREUILLET, C., YILDIZ, E., CUQ, B., KOKINI, J. Study of the anomalous capillary Bagley factor behavior of three types of wheat flour doughs at two moisture contents. **Journal of Texture Studies**, v.33, p.315-340, 2002.
- DARBY, R. **Viscoelastic fluids, an introduction to their properties and behavior**. Nova Iorque:Marcel Dekker, 1979. 638p.
- HARPER, J.M., RHODES, T.P., WANNINGER, L.A. Viscosity model for cooked cereal doughs. **AIChE Symp. Ser.**, v.67, p.40-3, 1971.
- JAO, Y.C. e CHEN, A.H. Engineering analysis of soy dough rheology in extrusion. **Journal of Food Processing Engineering**, v. 2, p. 97-112, 1978.
- MACKEY, K., OFOLI, R.Y., MORGAN, R.G, STEFFE, J.F. Rheological modeling of potato flour during extrusion cooking. **Journal of Food Processing Engineering**, v.12, p.1-11, 1989.
- MORGAN, R.G., SUTER, D.A., SWEAT, V.E. Design and modeling of a capillary food extruder. **Journal of Food Processing Engineering**, v.2, p. 65-81, 1978.
- MORITA, A., TOMA, M.S., DE PAOLI, M.A. Módulo de reometria capilar e auto-reforçamento de baixo custo. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, vol. 15, n. 1, p.68-72, 2005

PADMANABHAN, M., BHATTACHARYA, M. Analysis of pressure drop in extruder dies. **Journal of Food Science**, v. 54, n. 3, p. 709-13, 1989.

RAO, V.N.M. Classification, description and measurement of viscoelastic properties of solid foods. In: RAO, V.M.A, STEFFE, J.F. (Ed.) **Viscoelastic properties of foods**, Londres:Elsevier, 1992. p. 3-48.

RAO, M.A., ANANTHESWARAN, R.C. Rheology of fluids in food processing. **Food Technology**, Fevereiro, 1982.

RAUWENDAAL, C. **Polymer extrusion**. 3 ed., Hanser Gardner Publishers, Nova Iorque, 1994. 568 p.

STEFFE, J.F. **Rheological methods in food process engineering**. 2 ed., Freeman Press, East Lansing, 1996. 417 p.

SHIAU, S.Y. Effects of emulsifiers on dough rheological properties and the texture of extruded noodles. **Journal of Texture Studies**, v.35, p.93-110, 2004.

STRAHM B., PLATTNER B.; HUBER G., ROKEY G. Application of food polymer science and capillary rheometry in evaluating complex extruded products. **Cereal Foods World**, vol. 45, n^o7, p. 300-302, 2000.

YU, S.S., ANL, Y. On-line measurements of rheological properties of wheat flour extrudates with oxido-reductants, acid and alkali. **Journal of Food Engineering**, v.62, n.2, p.193-202, 2004.

SEÇÃO 2

COMPORTAMENTO REOLÓGICO DE MISTURA DE MILHO E SOJA PARA PRODUÇÃO DE RAÇÕES

RESUMO: Alimentos comportam-se como fluidos não-newtonianos, porém pouco se sabe do comportamento de milho e soja sob escoamento viscométrico. Para caracterizar o comportamento reológico de alimentos para animais, uma mistura de grãos de milho e soja na proporção 70:30 (massa:massa) foi submetida ao reômetro capilar sob 3 níveis de temperatura e umidade da massa, e 4 taxas de cisalhamento aparente: 80, 120 e 160 °C, 26,5±0,08; 30,4±0,31 e 33,4±0,05%; 30,4; 72,9; 304,3 e 728,6 s⁻¹, respectivamente. Diferentes taxas de deformação e dimensões da matriz foram utilizadas para obtenção das taxas de cisalhamento acima. Os dados obtidos foram ajustados para os modelos da Lei da Potência, Casson e Bingham. Baseados nos dados experimentais, os efeitos de umidade, temperatura da massa e taxa de cisalhamento sobre a mistura de milho e soja foram ajustados para uma expressão única (P<0.001, R² = 0.93): $\eta = 18.769,7(\dot{\gamma})^{-0,86} e^{(-9,34U + 935T)}$, onde $\dot{\gamma}$ é a taxa de cisalhamento, U é a teor de água na amostra e T é a temperatura na massa, em escala Kelvin. Como esperado, a mistura de milho e soja moídos apresentou comportamento pseudo-plástico. Palavras-chave: escoamento viscométrico, cisalhamento, pseudo-plástico, reômetro capilar

RHEOLOGICAL BEHAVIOR OF CORN AND SOY GRAIN MIX AS FEED INGREDIENTS

ABSTRACT: Food behaves as non-newtonian fluids, but it is not known how corn and soy mix behave under viscometric flow. To characterize the rheological behavior of animal feed under viscometric flow, a 70:30 (mass:mass) mixture of ground corn and soybean grains was submitted to a capillary rheometer at 3 temperatures and moisture levels, and 4 shear rates: 80, 120 and 160 °C, 26,5±0,08; 30,4±0,31 and 33,4±0,05%; 30,4; 72,9; 304,3 and 728,6 s⁻¹ respectively. Different strain rates and die dimensions were used to the target shear rates. Resulting data were fitted to Power Law, Casson and Bingham models. Based on experimental data, moisture content, mass temperature and shear rate effects on apparent shear viscosity of corn-soy mix were fitted to a single expression (P<0.001, R² = 0.93): $\eta = 18,769.7(\dot{\gamma})^{-0.86} e^{(-9.34U + 935T)}$, where $\dot{\gamma}$ is shear rate, U is samples moisture and T is sample temperature in Kelvin scale. As expected, such mixture presented a pseudoplastic (shear-thinning) behavior.

Key-words: viscometric flow, shear, shear-thinning, capillary rheometer

INTRODUÇÃO

A sofisticação da produção de alimentos para animais justifica o emprego de processamento de ingredientes e rações, tais como expansão, extrusão e peletização.

O comportamento mecânico destes ingredientes e sua interação com as máquinas de processamento refletem-se nos parâmetros de operação, tais como: demanda energética, capacidade operacional, desgaste dos equipamentos e, também, nas características finais do produto, como grau de expansão e cozimento, coloração, densidade e textura.

Sabe-se que alimentos sob extrusão comportam-se como fluidos não-newtonianos e sua viscosidade pode ser descrita pela Lei da Potência (CARVALHO et al., 2004; LI et al., 2004; SINGH e SMITH, 1999; EERIKAINEN e LINKO, 1998; RAO e ANANTHESWARAN 1982; REMSEN e CLARK, 1978). No entanto, pouco se conhece a respeito do comportamento reológico de ingredientes submetidos a processos característicos da indústria de rações.

No Brasil, grãos de milho e soja são os principais ingredientes no preparo de rações, representando ao redor de 80% da massa (SINDIRAÇÕES, 2007).

De acordo com Steffe (1996), a taxa de cisalhamento gerada no processo de extrusão de cereais e rações está na faixa de 0 a 10^3 s^{-1} , e a temperatura e pressão podem variar de 80 a 160 °C e 1.500 a 6.000 kPa, respectivamente.

A reômetria capilar (Figura 1) é uma técnica que permite a mensuração das características reológicas para materiais submetidos à ampla variação de taxas de escoamento e temperatura, desde que se possa assumir que o escoamento do material seja laminar e constante, os efeitos de entrada e saída na matriz do capilar sejam desprezíveis, o fluido seja incompressível, as propriedades reológicas não sejam funções de tempo e pressão, temperatura constante e ausência de deslizamento do fluido pela parede capilar (DARBY, 1979).

A Figura 1 é a ilustração do escoamento de um fluido através de uma matriz capilar de diâmetro D e comprimento L . A pressão total aplicada é P_A e a pressão na saída da matriz é P_{EX} (atmosférica). A partir da queda de pressão no cilindro e no capilar as viscosidades extensional e cisalhante, respectivamente, podem ser estimadas

O objetivo deste trabalho foi caracterizar o comportamento reológico e o perfil de

velocidade de uma mistura de ingredientes para ração animal submetida ao escoamento viscométrico.

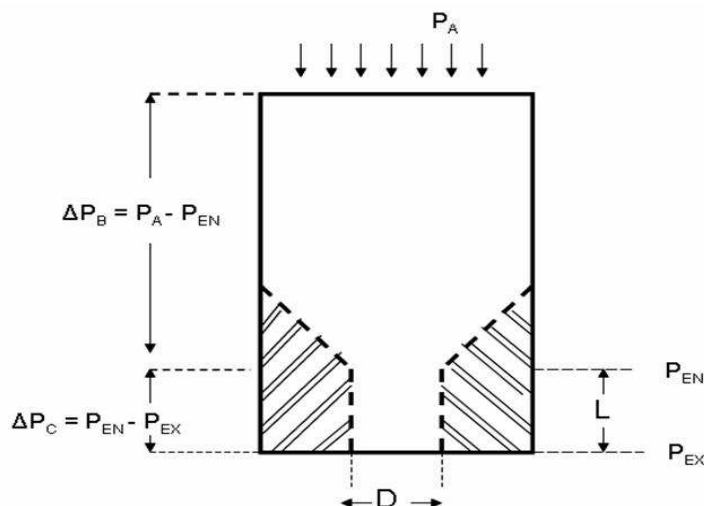


Figura 1. Ilustração do escoamento de um fluido através de uma matriz capilar de diâmetro D e comprimento L . A pressão total aplicada é P_A , a pressão na saída da matriz é P_{EX} (atmosférica), e P_{EN} é a pressão de entrada no capilar. A partir da queda de pressão no cilindro e no capilar as viscosidades extensional e cisalhante, respectivamente, podem ser estimadas

MATERIAL E MÉTODOS

O condicionamento e preparação das amostras foram realizados no Laboratório de Tecnologia Pós-Colheita da FEAGRI. Grãos de milho e soja misturados na proporção 70:30 (massa), foram moídos em moinho tipo martelo utilizando peneira com abertura de 1,5 mm. Amostras foram colhidas para determinação dos perfis bromatológico e granulométrico. Alíquotas deste material foram condicionadas pela adição e mistura de água na proporção de 15, 20 e 25%, com auxílio de uma batedeira elétrica, acondicionadas em sacos plásticos e deixados em repouso por 18h sob refrigeração para equilíbrio da umidade da massa. Em seguida, o material foi lacrado a vácuo e mantido sob temperatura controlada a 5°C até o momento dos experimentos. Amostras destas alíquotas foram colhidas para determinação da umidade. O teor de água das amostras foi determinado pelo método gravimétrico. Alíquotas de 2 g de amostras em duplicata foram pesadas em balança analítica, e secas em estufa de ar forçado por 24h a 105 °C. A determinação do diâmetro geométrico médio seguiu a norma S319.3 ANSI/ASAE (ASAE, 2004). A densidade real da amostra foi determinada pelo método de Arquimedes (MOHSENIN, 1986), utilizando-se álcool etílico 98 GL no lugar de

água, em vista de sua menor densidade, de modo a evitar partículas sobrenadantes. A composição centesimal da amostra foi determinada conforme a metodologia AOAC (1984) em laboratório externo.

Os ensaios de reologia foram conduzidos no Laboratório de Ensaios de Materiais, do Centro de Tecnologia da Unicamp. Utilizou-se o método da reometria capilar, conforme descrito por Rauwendaal (1994), com o emprego de um reômetro capilar acoplado a uma máquina universal de ensaios (MTS, Sintech 5G), conforme descrito na Seção 1 (Fraiha et al., 2007). O sistema de aquisição de dados, incluindo a máquina universal de ensaios e a célula de carga, foi calibrado para este experimento, sendo que a Incerteza Expandida de Medição foi $\leq 0,12\%$, fator de abrangência $> 2,0$ para faixa de medição específica de 0 a 500 kgf (Certificado de Calibração n. 241 06CT2007).

O experimento consistiu em registrar a curva de força durante o escoamento de 50 g da amostra através do reômetro capilar, combinando matrizes de diferentes dimensões e velocidades de deslocamento do pistão, de forma a obter taxas de cisalhamentos pré-definidas. As dimensões das matrizes capilares utilizadas variaram de 3 a 6 mm de diâmetro interno (D_c), e relação comprimento:diâmetro de 10. A velocidade de deslocamento do pistão variou de 0,4 a 4 mm. s⁻¹.

O desenho experimental foi completamente casualizado, em esquema fatorial 3x3x4, sendo 3 níveis de temperatura e de umidade da massa e 4 níveis de taxa de cisalhamento aparente.

A umidade do material foi obtida pelo condicionamento já descrito, e foram $26,5 \pm 0,08$; $30,4 \pm 0,31$ e $33,4 \pm 0,05\%$ (média \pm desvio padrão). A temperatura da massa no reômetro foi controlada por sistema de aquecimento por resistência elétrica, nos níveis de 80, 120 e 160°C, permitindo-se 3 minutos para o equilíbrio desta. Observações preliminares indicaram que a perda de umidade nas temperaturas mais altas foi desprezível. A taxa de cisalhamento aparente ($\dot{\gamma}_{ap}$) foi estimada pela equação (1), e foi fixada nos níveis 30,4; 72,9; 304,3 e 728,6 s⁻¹.

$$\dot{\gamma}_{ap} = \frac{32Q_c}{\pi D_c^3} \quad (1)$$

onde Q_c é o escoamento volumétrico no capilar, determinado pela área e velocidade do pistão (v_p):

$$Q_c = \frac{v_p \pi D_p^2}{4} \quad (2)$$

A tensão de cisalhamento na parede do capilar τ_{pc} pode ser relacionada à queda de pressão ao longo do capilar (ΔP_c) pela equação:

$$\tau_{pc} = \frac{\Delta P_c D_c}{4 L_c} \quad (3)$$

A perda de pressão na entrada do capilar, devido à convergência das paredes do capilar e perda de energia cinética foi corrigida pela mensuração da curva de força requerida para escoamento do material em matrizes com comprimento próximo a zero ($L_c = 0$), e mesmo diâmetro das matrizes de teste. Assim, ΔP_c pode ser calculada:

$$\Delta P_c = \frac{4[F_p(L_c) - F_p(L_c = 0)]}{\pi D_p^2} \quad (4)$$

onde D_p é o diâmetro do pistão e F_p é a força aplicada ao pistão.

Na Figura 2, apresenta-se uma curva característica de força-deformação da massa obtida pelo deslocamento do pistão do reômetro ao longo do tempo.

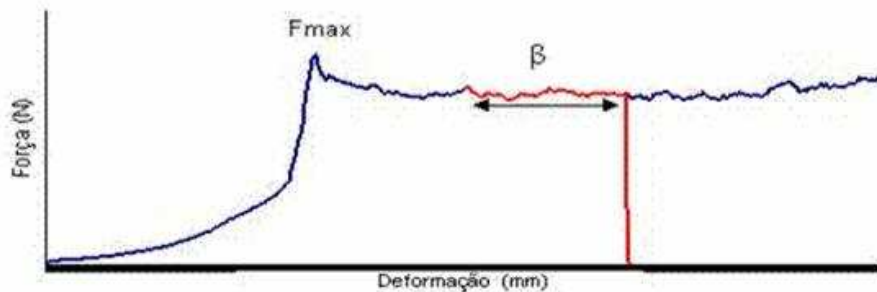


Figura 2. Registro da força em função da deformação imposta à amostra no capilar.

Para cálculo de ΔP_c , obtém-se um valor médio da força (F) a partir das curvas de tensão-deformação geradas no experimento, considerando apenas os dados da região β , exemplificados na Figura 1. F_{max} representa a força necessária para iniciar o escoamento do material através da matriz capilar e β representa o deslocamento do pistão para escoar uma quantidade de massa equivalente ao volume interno da matriz do ensaio. A distância entre

Fmax e o início de β é igual a β , de forma que a obtenção de dados para os cálculos coincide com a estabilização da resposta de força à deformação imposta. Este procedimento permite a obtenção de dados médios com coeficientes de variação ao redor de 5%.

A estimativa da taxa de cisalhamento na parede do capilar ($\dot{\gamma}_{pc}$) foi obtida aplicando-se a correção de Rabinowitsch à taxa de cisalhamento aparente:

$$\dot{\gamma}_{pc} = \left(\frac{3n+1}{4n} \right) \dot{\gamma}_{ap} \quad (5)$$

onde n é o índice do comportamento do escoamento, dado por:

$$n = \frac{(d \log \dot{\gamma}_{ap})}{(d \log \tau_{pc})} \quad (6)$$

Por fim a viscosidade (η) pôde ser determinada:

$$\eta = \frac{\tau_{pc}}{\dot{\gamma}_{pc}} \quad (7)$$

O comportamento reológico do material foi representado pelos modelos da Lei da Potência (lp), de Bingham (bg) e Casson (cs), conforme as respectivas equações:

$$\eta_{lp} = K_{lp} (\dot{\gamma}_{pc})^{n-1} \quad (8)$$

$$\eta_{bg} = K_{bg} + \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}_{pc}} \quad (9)$$

$$(\eta_{cs})^{0,5} = K_{cs} + \left(\frac{\tau_0}{\dot{\gamma}_{pc}} \right)^{0,5} \quad (10)$$

onde K_{lp} , K_{bg} e K_{cs} são os índices de consistência do material, τ_0 é a tensão mínima responsável pelo início do escoamento do material no capilar, determinado pelo método de extrapolação, quando $\dot{\gamma}_{pc} = 0$ (STEFFE, 1996).

A avaliação e correção de deslizamento da amostra na parede do capilar seguiram a metodologia descrita por Darby (1979), utilizando-se matrizes de diferentes diâmetros e mesmo comprimento para determinação do coeficiente de deslizamento δ , para estimativa da taxa de cisalhamento corrigida para deslizamento $\dot{\gamma}_{ap,c}$:

$$\dot{\gamma}_{ap,c} = \dot{\gamma}_{ap} - \frac{8\delta\tau_{pc}}{D_c} \quad (11)$$

A temperatura e a umidade da massa também influenciam a viscosidade do material. A taxa de cisalhamento, temperatura e umidade da massa podem ser combinadas em expressão única (HARPER et al., 1971):

$$\eta = f(\dot{\gamma}, U, T) = K \dot{\gamma}_{UT} (\dot{\gamma})^{\bar{n}-1} . e^{[B(U)+A(T)]} \quad (12)$$

onde a influência da taxa de cisalhamento é representado pela Lei da Potência, U é a umidade do material, expresso em porcentagem, e T é o inverso da temperatura de ensaio, expresso na escala Kelvin.

A assunção de escoamento laminar do material pelo capilar é um dos fundamentos teóricos nesta discussão, e é avaliada pelo cálculo de número de Reynolds (N_{Re}) (RAO e ANANTHESWARAN, 1982). Um fluido regido pela Lei da Potência (lp) apresenta escoamento laminar se:

$$N_{Re,lp} < 6464n(2+n)^{\frac{(2+n)}{(1+n)}} (1+3n)^{-2} \quad (13)$$

onde n é o índice de comportamento do escoamento ($n < 1$ para fluidos pseudoplásticos e $n = 1$ para fluidos newtonianos).

O número de Reynolds para fluidos regidos pela Lei da Potência é dado por:

$$N_{Re,lp} = [D_c^n (u_m)^{2-n} \frac{\rho}{(8^{(n-1)} K)}] \left(\frac{4n}{3n+1} \right)^n \quad (14)$$

onde D_c é o diâmetro do capilar, u_m é a velocidade média do escoamento na matriz capilar, ρ é a densidade real do material, e K é o coeficiente de consistência do fluido ($K = K_{lp}$) (STEFFE, 1996).

O perfil de velocidade do escoamento laminar no cilindro pode ser estimado pela equação 15 (RAO e ANANTHESWARAN, 1982):

$$\frac{u}{u_m} = \left(\frac{3n+1}{n+1} \right) \left[1 - \left(\frac{r}{R} \right)^{\frac{n+1}{n}} \right] \quad (15)$$

onde u é a velocidade na posição radial r , u_m é a velocidade média do escoamento no capilar, estimado pelo volume de material escoado pelo deslocamento do pistão.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os teores de cinzas, extrato etéreo e proteína bruta, com base na matéria-seca foram $2,66 \pm 0,09$; $7,61 \pm 0,07$ e $19,7 \pm 0,81\%$ (média \pm erro padrão) respectivamente.

O diâmetro geométrico médio foi de $542,39 \pm 42,98 \mu\text{m}$. O diâmetro das partículas pode influenciar a viscosidade das amostras (SERVAIS et al., 2002), no entanto poucos autores indicam o perfil granulométrico e bromatológico do material em estudo, o que não permite a perfeita comparação dos resultados.

A partir dos dados originais de força e deformação, foi possível a estimativa da viscosidade (η) das amostras em diferentes condições de umidade, temperatura e taxa de cisalhamento. O coeficiente de consistência K , o índice de comportamento do escoamento n , e a tensão cisalhante mínima para início do escoamento τ_0 obtidos pelos modelos da Lei da Potência, Casson e Bingham para as diferentes condições experimentais, são apresentados na Tabela 2.

Tabela 2. Coeficientes de consistência (K), índice de comportamento do escoamento (n) e tensão cisalhante mínima para início do escoamento (τ_0), determinados pelos modelos da Lei da Potência, Casson e Bingham para as diferentes condições experimentais.

Condições Experimentais	<u>Lei da Potência</u> $\eta_{lp} = K_{lp} (\dot{\gamma}_{pc})^{n-1}$			<u>Casson</u> $(\eta_{cs})^{0,5} = K_{cs} + \left(\frac{\tau_0}{\dot{\gamma}_{pc}} \right)^{0,5}$			<u>Bingham</u> $\eta_{bg} = K_{bg} + \frac{\tau_0}{\dot{\gamma}_{pc}}$		
U% - T °C	$K_{lp}(\text{kPa.s}^n)$	n	R^2	$K_{cs}(\text{kPa.s}^n)$	$(\tau_0)^{0,5}(\text{kPa})$	R^2	$K_{bg}(\text{kPa.s}^n)$	$\tau_0(\text{kPa})$	R^2
26,5 - 80	17,60	0,20	0,96	0,85	0,195	0,95	-13,90	44,4	0,97
26,5 - 120	22,54	0,13	0,99	1,17	0,180	0,98	8,52	36,3	0,99
26,5 - 160	18,95	0,14	0,96	1,86	0,155	0,96	21,37	27,7	0,98
30,4 - 80	6,71	0,31	0,91	1,47	0,148	0,86	-14,84	29,0	0,90
30,4 - 120	20,17	0,06	0,99	0,42	0,151	0,99	2,22	24,2	0,99
30,4 - 160	9,00	0,15	0,95	1,81	0,101	0,92	21,04	11,5	0,87
33,4 - 80	7,81	0,28	0,96	2,09	0,138	0,97	10,44	23,9	0,98
33,4 - 120	22,11	-0,05	0,99	-0,23	0,141	0,99	0,95	19,2	0,99
33,4 - 160	10,01	0,12	0,92	1,93	0,095	0,82	24,80	9,8	0,70

U - umidade da massa (bu); T - temperatura da massa durante o experimento, R^2 - coeficiente de determinação.

Os coeficientes de determinação da equação para os modelos Casson e Bingham, que levam em conta τ_0 , não foram diferentes daqueles para o modelo da Lei da Potência.

Alavi et al. (2002) também registraram a mesma observação ao modelar o comportamento reológico de amido de trigo.

A mistura de grãos moídos de milho e soja, nas condições deste experimento, apresentou comportamento pseudoplástico, com forte decréscimo da viscosidade aparente com o aumento da taxa de cisalhamento imposta, indicado pelo valor de n no modelo da Lei da Potência (Tabela 2).

Esse resultado é corroborado para grãos de cereais, regido pela Lei da Potência, já foi descrito por outros autores (LI et al., 2004; CARVALHO et al., 2004; ALAVI et al., 2002; SINGH e SMITH, 1999; BAGLEY et al., 1998; PADMANABHAN e BHATTACHARYA, 1991; SENOUCI e SMITH, 1988).

Carvalho et al. (2004), trabalhando com "grits" de milho em reometria capilar, em condições de temperatura de processo de 90 a 120°C, e taxa de cisalhamento de 10 a 500 s⁻¹, determinaram os valores de n entre 0,16 e 0,52, e K_{lp} entre 2,6 e 97,8 kPa.sⁿ. Singh e Smith (1999) obtiveram valores de n e K_{lp} variando entre 0,17 e 0,51, e 3 e 93 kPa.sⁿ, respectivamente, para farinha de trigo com umidade de 21 a 28% e temperatura de 100 a 125 °C.

O índice n negativo obtido para as amostras com 33,4% de umidade processadas a 120 °C (Tabela 2) é de difícil explicação. Índices do comportamento do escoamento n negativos já foram reportados anteriormente. Padmanabhan e Bhattacharya (1991) estudando o comportamento de milho moído com umidade variando de 25 a 45% sob temperaturas que variaram de 150 a 180 °C, obtiveram $-0,193 \leq n \leq 0,811$ e $1,42 \times 10^2 \leq K_{lp} \leq 7,52 \times 10^5$. Estes autores variaram a taxa de cisalhamento aparente entre 163 e 652 s⁻¹, e obtiveram viscosidade aparente variando de 98 a 1276 Pa.s, que são valores próximos aos obtidos no presente ensaio. Suas hipóteses de causas para os índices n negativos citam a degradação molecular da amostra, dissipação viscosa, deslizamento do fluido pela parede do capilar e influência de τ_0 , apesar da contribuição de cada um não estar claro.

Poucos autores avaliam a presença de deslizamento na parede do capilar. No presente experimento, as correções resultaram em dados inconsistentes, atribuindo valores negativos para $\dot{\gamma}_{ap,c}$. Outros autores obtiveram resultados similares e não puderam proceder a correção (MACKEY et al., 1989; SINGH e SMITH, 1999).

A partir dos dados experimentais, excluindo os dados referentes ao ensaio com n negativo, as constantes $K_{\dot{\gamma}UT}$, \bar{n} , B e A foram determinadas por regressão múltipla ($P < 0,001$, $R^2 = 0,93$) gerando a expressão:

$$\eta = 18769,7(\dot{\gamma})^{-0,86} e^{(-9,34U + 935T)} \quad (16)$$

A comparação entre os dados observados e estimados pelo modelo geral incluindo os efeitos da taxa de cisalhamento, pelo modelo da Lei da Potência, umidade e temperatura (equação 16) é apresentada na Figura 3.

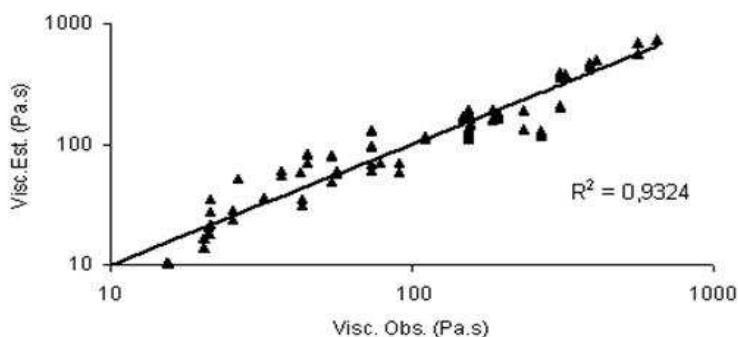


Figura 3. Viscosidade estimada pelo modelo geral versus viscosidade observada

Nas condições deste experimento, com $n = 0,14$, o escoamento é tido como laminar se $N_{Re,lp} < 1876,2$.

A vazão no capilar pôde ser estimada considerando, para este experimento, a velocidade máxima de deslocamento do pistão em $4 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, e o diâmetro interno do cilindro do reômetro de $24,3 \text{ mm}$. A partir deste dado, estimou-se a velocidade média (u_m) de passagem do material pelo capilar de 3 mm de diâmetro, que foi de $262,4 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$. A densidade (ρ) foi previamente determinada como $1300 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3}$. A partir destes dados o Número de Reynolds foi estimado em $0,37$, indicando que o escoamento pode ser considerado laminar, satisfazendo uma assunção básica da fundamentação teórica deste experimento.

O perfil de velocidade do escoamento laminar constante de um fluido incompressível através de um canal cilíndrico pode ser estimado. Em regime, uma porção anular do fluido próximo à parede do canal experimenta um gradiente de velocidade, sendo que as partes do

fluido se movimentam em relação às adjacências (Figura 4). Na região central do canal, delimitada por r , o fluido escoar livremente sem o efeito do gradiente de velocidade.

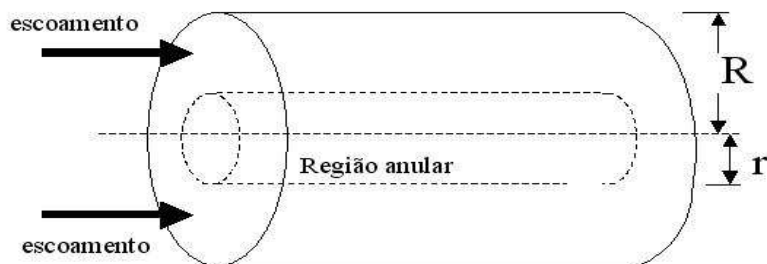


Figura 4. Escoamento Poiseuille

Na Figura 5 é apresentado o perfil de velocidade das amostras submetidas ao escoamento viscométrico, em função da posição radial em relação à parede do capilar.

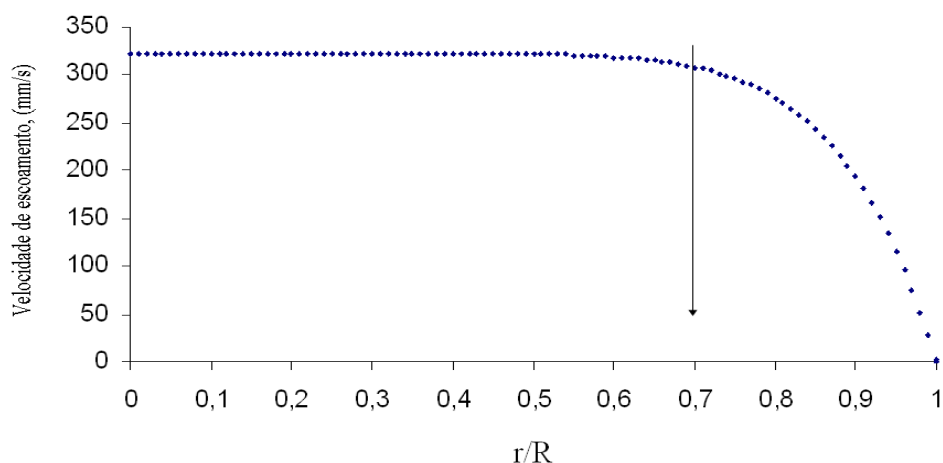


Figura 5. Perfil de velocidade do escoamento em função da relação r/R

Por analogia, o valor zero de r/R da Figura 5 representa o centro, e o valor 1, a parede do capilar. A velocidade máxima do escoamento foi estimada em 323 mm.s^{-1} no centro do capilar. Pode-se observar que a maior parte da massa não sofre um gradiente de velocidade durante o escoamento. A região demarcada sob a curva da Figura 5, entre 0,7 e 1 r/R , representa a porção da massa sob cisalhamento durante o escoamento, e seu volume é

estimado em aproximadamente 50% da massa. É importante observar que a velocidade média do escoamento não influencia o volume de massa a sofrer tal efeito do cisalhamento, conforme implícito na equação 9, sendo função apenas do índice do comportamento do escoamento n .

CONCLUSÕES

A mistura de grãos de milho e soja moídos pode ser classificada como material com comportamento pseudoplástico, representados pela Lei da Potência.

O estudo do perfil de velocidade do escoamento do material estudado dentro da matriz capilar indica que grande parte da massa sob escoamento não sofreu os efeitos da tensão de cisalhamento nas condições deste ensaio.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AOAC, ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis**. 14 ed., Washington, DC, 1984. 1141p.

ALAVI, S.H., CHEN, K.H, RIZVI, S.S.H. Rheological characteristics of intermediate moisture blends of pregelatinized and raw wheat starch. **Journal of Agricultural Food Chemistry**, v.50, p. 6740-45, 2002.

ASAE, Method of determining and expressing fineness of feed materials by sieving. ANSI/ASAE S319.3. In: **Agricultural Engineers Yearbook of Standard**. St. Joseph : ASAE, 51 ed., 2004. p.578-81.

BAGLEY, E.B., DINTZIS, F.R., CHAKRABARTI, S. Experimental and conceptual problems in the rheological characterization of wheat flour doughs. **Rheologica Acta**, v.37, p.556-65, 1998.

CARVALHO, C.W.P, ASCHERI, J.L.R e MITCHELL, J.R. Capillary rheometry of maize and wheat: effect of sugar and temperature. **Alimentaria**, p.109-18, setembro, 2004.

DARBY, R. **Viscoelastic fluids, an introduction to their properties and behavior**. Nova Iorque:Marcel Dekker, 1979. 638p.

EERIKAINEN, T., LINKO, P. Extrusion cooking modeling, control and optimization In:MERCIER, C. et al. **Extrusion Cooking, American Association of Cereal Chemists**, 2 impressão, Minnesota, 1998. p.157-204.

FRAIHA, M., BIAGI, J.D., FERRAZ, A.C.O, SVERZUT, C. Projeto e construção de reômetro capilar. In: **Congresso Brasileiro de Engenharia Agrícola, 36**, Bonito, Anais..., Sociedade Brasileira de Engenharia Agrícola, 2007.

- HARPER, J.M., RHODES, T.P., WANNINGER, L.A. Viscosity model for cooked cereal doughs. **AIChE Symp. Ser.**, v.67, p.40-3, 1971.
- LI, P.X., CAMPANELLA, O.H., HARDACRE, A.K. Using a in-line slit-die viscometer to study the effects of extrusion parameters on corn melt rheology. **Cereal Chemistry**, v. 81, n.1, p. 70-6, 2004.
- MACKEY, K., OFOLI, R.Y., MORGAN, R.G, STEFFE, J.F. Rheological modeling of potato flour during extrusion cooking. **Journal of Food Processing Engineering**, v. 12, p.1-11, 1989.
- MOHSENIN, N.N. **Physical properties of plant and animal materials**. 2 ed., Gordon and Breach Science, Nova Iorque, 1986. 734p.
- PADMANABHAN, M. e BHATTACHARYA, M. Flow behavior and exit pressures of corn meal under high-shear-high temperature extrusion conditions using a slit die. **Journal of Rheology**, v.35, n. 3, p.315-42, 1991.
- RAO, M.A., ANANTHESWARAN, R.C. Rheology of fluids in food processing. **Food Technology**, Fevereiro, 1982.
- RAUWENDAAL, C. **Polymer extrusion**. 3 ed., Hanser Gardner Publishers, Nova Iorque, 1994. 568 p.
- REMSEN, C.H., CLARK, J.P. A viscosity model for a cooking dough. **Journal of Food Processing Engineering**, v. 2, p. 39-64, 1978.
- SENOUCI, A. e SMITH, A.C. An experimental study of food melt rheology: I. Shear viscosity using a slit die viscometer and a capillary rheometer. **Rheologica Acta**, v.27, p. 546-54, 1998.
- SERVAIS, C., JONES, R., ROBERTS, I. The influence of particle size distribution on the processing of food. **Journal of Food Engineering**, v. 51, p. 201-8, 2002.
- SINDIRAÇÕES, **Perfil 2007**, disponível em <<http://www.sindiracoes.org.br/imagens/UserFiles/Image/Sindiraes/Perfil/Perfil_2006_2E_Produc_Bras_15.gif>>, acessado em dez/2007.
- SINGH, N., SMITH, A.C. Rheological behavior of different cereals using capillary rheometry. **Journal of Food Engineering**, v. 39, p. 203-09, 1999.
- STEFFE, J.F. **Rheological methods in food process engineering**. 2 ed., Freeman Press:East Lansing, 1996. 417 p.

SEÇÃO 3

DETERMINAÇÃO DOS PARÂMETROS DE DESTRUIÇÃO TÉRMICA E DIMENSÕES DE ESPOROS DE *BACILLUS STEAROTHERMOPHILUS* ATCC 7953

RESUMO: Este experimento objetivou determinar os parâmetros de destruição térmica de esporos de *Bacillus stearothermophilus* ATCC 7953 e a estimativa de suas dimensões. Os esporos foram suspensos em solução salina (0,85%, pH 6,7) e em mistura de grãos de milho e soja moídos (30% de umidade, bu) para contagem final de 10^6 UFC/mL e 10^6 UFC/5g, respectivamente, distribuídos em tubos TDT, e submetidos ao calor, de 100 a 126 °C por tempo que variou de 0 a 40 min, seguido de incubação e contagem direta. Os esporos suspensos em solução salina foram observados em microscópio eletrônico de varredura, para estimativa das dimensões. Os valores de $D_{121,1^\circ\text{C}}$ e z para os esporos suspensos em solução salina foram 8,8 min e 12,8 °C, respectivamente. Para aqueles suspensos em mistura milho e soja, $D_{121,1^\circ\text{C}}$ e z foram 14,2 min e 23,7 °C, respectivamente. As micrografias indicaram que os esporos apresentam-se como bastonetes, homogêneos em forma e dimensão, cujos comprimento e diâmetro foram estimados em 2 e 1 μm , respectivamente.

Palavras-chave: termobacteriologia, ração, valor D, valor z, dimensões do esporo

DETERMINATION OF THERMOBACTERIOLOGICAL PARAMETERS AND SIZE FOR *BACILLUS STEAROTHERMOPHILUS* ATCC 7953 SPORES

ABSTRACT: In order to determine thermobacteriological parameters for *B. stearothermophilus* spores, they were diluted in saline solution medium (0,85%, pH 6,7) and in ground corn-soy mix to a final count of 10^6 UFC/mL e 10^6 UFC/5g, respectively, distributed to TDT tubes and submitted to heat, from 100 a 126 °C, for a period of time varying from 0 to 40 min. To estimate their dimensions, the espores were visualized by using a scanning electron microscope. $D_{121,1^\circ\text{C}}$ and z values for these spores, as determined in the saline solution, were 8,8 min and 12,8 °C, respectively. $D_{121,1^\circ\text{C}}$ and z values determined in the corn-soy mix were 14,2 min and 23,7 °C, respectively. The micrographs indicated that the spores are homogeneous in shape and size, with length and diameter of 2 and 1 μm , respectively.

Key-words: thermobacteriology, feed, D value, z value, spore size

INTRODUÇÃO

Entre os meios físicos de controle microbiológico, o calor é o agente esterilizante mais utilizado, econômico e fácil de controlar. O calor úmido, quando comparado ao calor seco, é mais efetivo em função do requerimento de menor temperatura e tempo necessários para garantir a esterilidade proposta (PENNA e MACHOSHVILI, 1997).

A avaliação dos processos de esterilização requer o uso de indicador biológico, com a eleição de um microorganismo resistente ao agente esterilizante, para verificação da efetividade das medidas físicas tomadas.

Os esporos de bactérias termófilas são os mais resistentes ao calor, seguidos de algumas mesófilas anaeróbias. As células vegetativas de bactérias, bolores, leveduras e vírus apresentam pouca resistência ao calor (LEITÃO e JUNQUEIRA, 1995). A termo-resistência dos microorganismos está relacionada à estabilidade das proteínas termofílicas, que são atribuídas a sua hidrofobicidade, maior compactação da estrutura, e melhor interação eletrostática na conformação e função protéica (KUMAR e NUSSINOV, 2001).

Esporos de *Bacillus stearothermophilus*, dada sua resistência ao calor, são os microorganismos de eleição como indicadores biológicos de processos de esterilização por calor úmido (LETRARI, 2006). Estes são bastonetes móveis, gram-positivos, aeróbios ou anaeróbios facultativos, capazes de se desenvolver entre temperaturas de 33 a 70 °C, fermentadoras de açúcares, que não produzem gás e não fazem proteólise. A faixa de pH ideal para seu crescimento varia de 6,0 a 7,5.

O processo de extrusão de alimentos para animais é amplamente utilizado na indústria de rações. Em vista das temperaturas geradas neste processo, que podem atingir 140 °C ou mais, credita-se, ao extrusor, a capacidade de controle microbiológico dos alimentos.

No entanto, vários resultados indicam que o calor pode não ser o único fenômeno envolvido na destruição de microorganismos submetidos à extrusão (KAUFFMAN e HATCH, 1977; BOUVERESSE et al., 1982; BULUT et al., 1999; OKELO et al., 2006), mas fenômenos mecânicos podem estar envolvidos na ruptura celular destes microorganismos. De acordo com o conceito de equivalência energética (ZHENG e WANG, 1994), calor e cisalhamento são responsáveis pela transformação molecular do alimento durante a extrusão. O cisalhamento

causa rompimento da estrutura do amido, reduzindo-o a grânulos menores que 0,5 µm (ZHENG et al., 1995). Assim, a suspeita que a integridade de microorganismo seria afetada pela tensão cisalhante desenvolvida no processo de extrusão é razoável, dependente de sua dimensão.

O presente trabalho é parte de projeto mais amplo, que visa à avaliação do processo de extrusão como pasteurizador de alimentos, utilizando esporos de *B. stearothermophilus* como indicador biológico. Apesar dos parâmetros termobacteriológicos deste microorganismo terem sido relatados anteriormente (SEGNER et al., 1963; STUMBO, 1965; BOUVERESSE et al., 1982; FEEHERRY et al., 1987; PINHO e CRISTIANINI, 2005; LETRARI et al., 2006), as diferenças entre as cepas e os meios utilizados para determinação da resistência térmica podem afetar os resultados.

Assim, o objetivo deste trabalho é determinar os parâmetros de destruição térmica de esporos de *B. stearothermophilus* ATCC 7953, determinados em solução salina e mistura prática de ração para animais, e estimar suas dimensões. Estes resultados servirão para avaliar a cinética de destruição dos microorganismos no processo de extrusão de alimentos.

MATERIAL E MÉTODOS

O experimento foi realizado no Laboratório de Tecnologia Pós-Colheita da Faculdade de Engenharia Agrícola da Unicamp.

Esporos de *Bacillus stearothermophilus* ATCC 7953 foram adquiridos na Fundação André Tosello, em Campinas. Os microorganismos foram apresentados em solução salina 0,85%, com 10^7 UFC/mL, e mantidos neste meio sob refrigeração (5 °C) durante todo o período experimental.

Para determinação da curva de destruição térmica, os esporos foram suspensos em solução salina (0,85%, pH 6,7) para concentração final de 10^6 UFC/mL. Alíquotas de 3 mL foram distribuídas em tubos TDT, com aproximadamente 10 mm de diâmetro, previamente esterilizados, sendo então, submetidos às temperaturas de teste, que foram 100, 110, 117 e 126 °C, por tempo que variou de 0 a 30 min. A temperatura foi mantida constante em banho-maria

de óleo vegetal. Ao fim do tempo pré-determinado para cada amostra, o tubo foi retirado do banho-maria e rapidamente resfriado em água.

Este mesmo procedimento foi realizado para amostras de grãos de milho e soja moídos na proporção 70:30 (massa) como veículo, que foram previamente submetidas à esterilização por irradiação gama à 25 kGy (Irradiador IPEN, Universidade de São Paulo). Os esporos foram suspensos em solução salina (0,85%, pH 6,7) e misturados à mistura milho-soja estéril com auxílio de uma batedeira doméstica na proporção de 200 mL de solução para 800 g da mistura. A umidade final do material foi de $30,00 \pm 0,30\%$, e apresentando diâmetro geométrico médio de $542,39 \pm 42,98 \mu\text{m}$ (média \pm desvio padrão). Para evitar quaisquer contaminações, tal procedimento foi realizado em capela de fluxo laminar. Após a mistura, o material foi estocado sob refrigeração (5°C) por 48 h até o início dos experimentos. Ensaio preliminares indicaram que a viabilidade dos esporos manteve-se inalterada por período superior a 45 dias sob as condições de armazenamento empregadas neste experimento. A contagem de esporos em diversos pontos da massa indicou que o método de semeadura e mistura foi satisfatório, representando coeficiente de variação menor que 10%.

Dois gramas de amostra foram distribuídos em tubos TDT previamente esterilizados, sendo submetidos às temperaturas de 103, 118 e 122°C , em banho-maria de óleo vegetal, por tempo que variou de 0 a 40 min.

A atividade de água das amostras de grãos e da solução salina foram determinadas utilizando-se o medidor de atividade de água Pa_wkit® (Decagon, Pullman, EUA).

Após os tratamentos, procedeu-se a germinação dos esporos pelo método do choque térmico. As amostras foram submetidas ao banho-maria a 80°C por 15 min, seguido de rápido resfriamento em banho de gelo. Procedeu-se a semeadura dos microorganismos em ágar dextrose-triptona, seguido de incubação por 48h a 50°C , conforme metodologia descrita por Orson e Sorrels (1992). O meio de crescimento foi preparado e seu pH foi corrigido para 7,1 utilizando-se NaOH 0,1N. O meio de cultura e toda a vidraria utilizados foram previamente submetidos à esterilização em autoclave a 121°C por 20 min. Todo trabalho de microbiologia foi realizado em capela de fluxo laminar. As contagens foram realizadas em quadruplicatas.

Os dados obtidos foram avaliados seguindo o modelo de Bigelow. A partir das

contagens, os dados foram representados em gráfico semilogarítmico, na ordenada, o logaritmo dos organismos sobreviventes, e na abscissa o tempo de aquecimento. O tempo de redução decimal (valor D) foi calculado para cada uma das temperaturas do experimento pela fórmula:

$$D = \frac{t}{(\log A - \log B)} \quad (1)$$

onde t é o tempo de aquecimento das amostras (min); A é o número inicial de microorganismos (UFC/mL) e B é o número final.

Os dados de valor D para cada temperatura foram representados em gráfico semilogarítmico, na ordenada o logaritmo do valor D e na abscissa a temperatura de ensaio. O valor z representou o módulo da temperatura necessária para alteração do valor D em um ciclo logarítmico, dado pela equação:

$$z = \left| \frac{T_A - T_B}{\log D_A - \log D_B} \right| \quad (2)$$

Os valores de D para outras temperaturas não contempladas no experimento puderam ser estimados a partir da seguinte equação:

$$\frac{D_{ref}}{D_T} = 10^{\left(\frac{T - T_{ref}}{z} \right)} \quad (3)$$

onde D_{ref} é o valor D conhecido, D_T é o valor D procurado, T é a temperatura de interesse, T_{ref} é a temperatura conhecida que resulta em D_T .

Para visualização da forma e estimativa da dimensão dos esporos, estes foram fotografados com auxílio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) (Leo, 440i, Inglaterra). Amostras colhidas da solução salina foram secas em dessecador e recobertas com ouro e paládio.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para os esporos suspensos em solução salina, os valores de redução decimal para as temperaturas do ensaio foram $D_{100^\circ\text{C}} = 72,9$ min, $D_{110^\circ\text{C}} = 53,4$ min, $D_{117^\circ\text{C}} = 18,5$ min, $D_{126^\circ\text{C}} = 4,7$ min (Figura 1).

A contribuição do calor para destruição dos esporos de bactérias termodúricas é pequena até 100 °C. A rotina laboratorial para germinação de esporos termodúricos, como o *B. stearotherophilus*, utiliza choque térmico, com banho quente variando de 80 a 110 °C por tempo de 10 a 30 min, seguido de resfriamento em banho de gelo (OLSON e SORRELS, 1982). Por esta razão, desconsiderou-se $D_{100^{\circ}\text{C}}$ para o cálculo do valor z , que foi estimado em 12,8 °C quando determinado em solução salina (Figura 2).

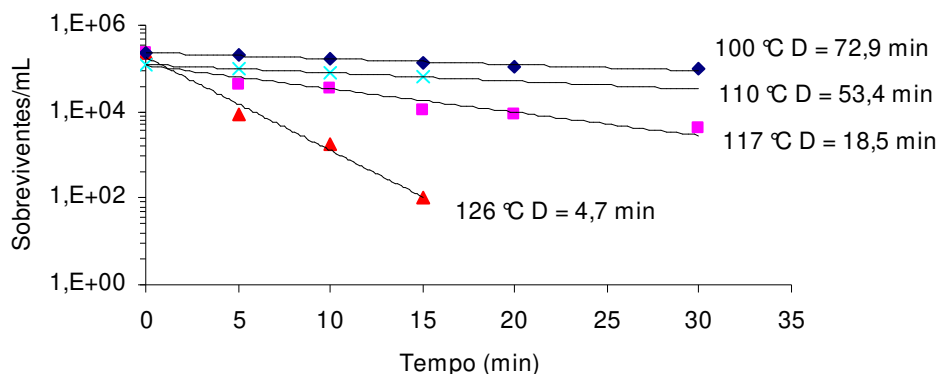


Figura 1. Curva de destruição térmica de esporos de *B. stearotherophilus* em diferentes temperaturas determinadas em solução salina 0,85%.

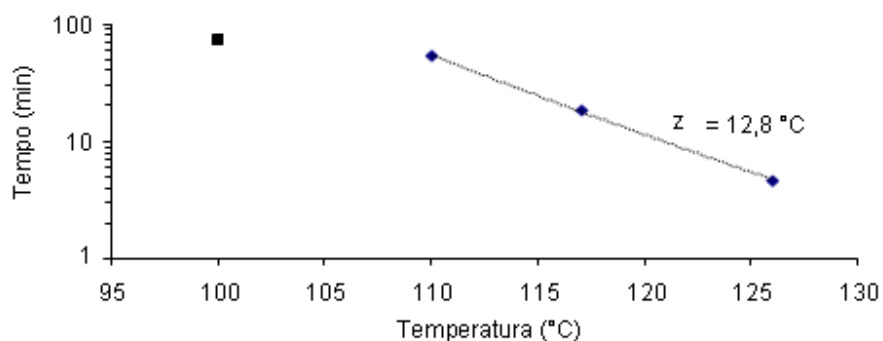


Figura 2. Curva de resistência térmica de esporos de *B. stearotherophilus* estimada a partir dos valores D determinados em solução salina 0,85%.

Estes resultados aproximam-se dos dados obtidos em literatura (Quadro 1). SEGNER et al. (1963), estudando a cinética de destruição térmica do *B.stearothermophilus* 1518 em tampão fosfato (pH 6,2), obtiveram $D_{121,1^{\circ}\text{C}} = 11,7$ min e $z = 21,9$ °C. STUMBO (1965) determinou os valores $D_{121,1^{\circ}\text{C}}$ e z para *B. stearothermophilus* como 4,0-5,0 min e 12,2 °C, respectivamente. BOUVERESSE et al. (1982) obtiveram valores $D_{121,1^{\circ}\text{C}} = 3,9$ min e $z = 18$ °C para *B. stearothermophilus* NCA-FS 1518, determinados em meio tampão de fosfato sódico. FEEHERRY et al. (1987) determinaram $D_{121,1^{\circ}\text{C}} = 3,33$ min e $z = 8,3$ °C para esporos de *B. stearothermophilus* ATCC 12980 usando água destilada como meio. PINHO e CRISTIANINI (2005) obtiveram $D_{121,1^{\circ}\text{C}} = 1,57$ min e $z = 8,32$ °C para cepa ATCC 7953 determinados em alimento para neonato humano. LETRARI et al. (2006) determinaram os valores $D_{121,1^{\circ}\text{C}} = 1,53-1,8$ min e $z = 15,3-18,0$ °C para *B.stearothermophilus* ATCC 7953 em caldo tripton 0,1%.

A cepa bacteriana utilizada e o meio de diluição dos esporos podem influenciar os resultados. BULUT et al. (1999) observaram diferença de até 3 vezes no valor D em função do meio utilizado. Neste experimento, os dados indicam que houve menor destruição dos esporos quando aquecidos na mistura de grãos de milho e soja quando comparados aos dados obtidos com a solução salina. Os valores de redução decimal determinados na mistura de grãos foram: $D_{103^{\circ}\text{C}} = 91,7$ min, $D_{118^{\circ}\text{C}} = 18,9$ min, $D_{122^{\circ}\text{C}} = 15,6$ min (Figura 3). O valor z estimado foi de 23,7 °C.

Tabela 1. Parâmetros termobacteriológicos para *B. stearothermophilus*

Fonte	Cepa	Meio	$D_{121,1^{\circ}\text{C}}$ (min)	z (°C)
Segner et al. (1963)	1518	Tampão fosfato	11,7	21,9
Stumbo (1973)			4,0-5,0	12,2
Bouveresse et al. (1982)	NCA-FS 1518	Tampão fosfato	3,9	18
Feeherry et al. (1987)	ATCC 12980	Água destilada	3,33	8,3
Pinho e Cristianini (2005)	ATCC 7953	Comida para neonato	1,57	8,32
Letrari et al. (2006)	ATCC 7953	Tampão fosfato	1,5-1,8	15,3-18,0
Presente trabalho	ATCC 7953	Solução salina	8,8	12,8
Presente trabalho	ATCC 7953	Mistura milho-soja	14,2	23,7

Na Figura 3, os valores D mais baixos aos 118 °C quando comparados aos 122 °C é explicado pelo número inicial de esporos menor na amostra de teste para aquela temperatura.

Sabe-se que o calor úmido é muito mais eficiente que o calor seco para destruição de microorganismos (PENNA e MACHOSHVILI, 1997; LEITÃO e JUNQUEIRA, 1995). A atividade de água do meio utilizado para determinação dos parâmetros bacteriológicos influencia os resultados (STUMBO, 1965). O veículo de grãos de milho e soja utilizados neste experimento apresentou umidade final de 30% e atividade de água de 0,92, após a semeadura da suspensão de esporos, aliada à diferença de condutividade térmica da água e dos grãos, podem ser hipóteses para explicar a menor destruição dos esporos quando comparado à solução salina como meio. A atividade de água da solução salina foi determinada em 0,97.

Os dados obtidos neste experimento serão utilizados para a comparação com resultados observados no processo de extrusão de alimentos. O tempo de residência do material no extrusor e a temperatura do processo variam de 60 a 150 s, e 80 a 140 °C. Os parâmetros aqui determinados são adequados para uso nesta faixa de variação.

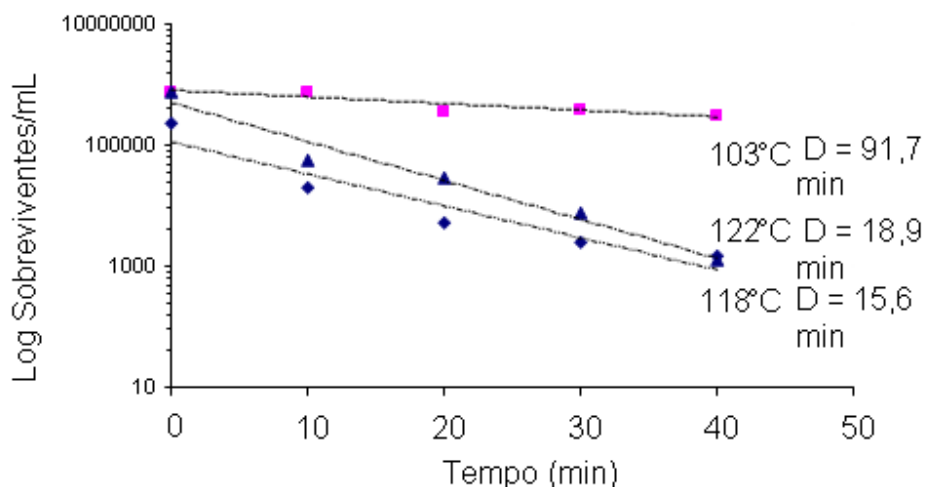


Figura 3. Curvas de destruição térmica de esporos de *B. stearothermophilus* aos 103, 118 e 122 °C determinadas na mistura grão de milho e soja.

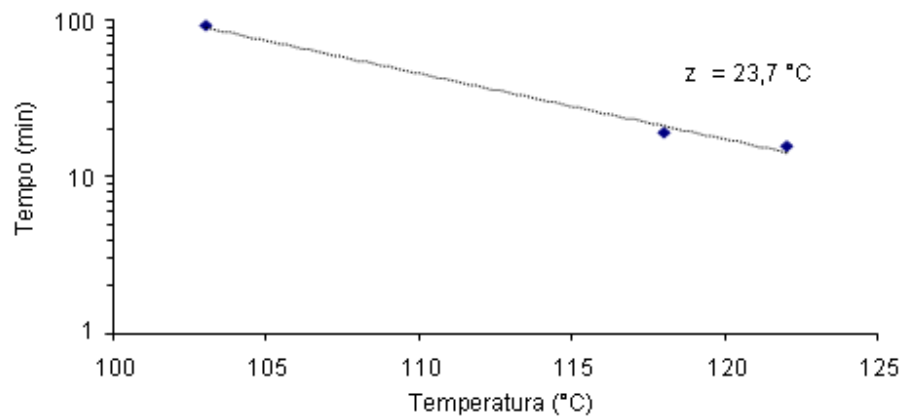


Figura 4. Curva de resistência térmica de esporos de *B. stearothermophilus* estimada a partir dos valores D determinados na mistura grão de milho e soja

A Figura 5 apresenta as micrografias de esporos de *B. stearothermophilus*. Estes se apresentam homogêneos da forma e dimensão, e seu comprimento e diâmetro são estimados em 2 e 1 μm , respectivamente.

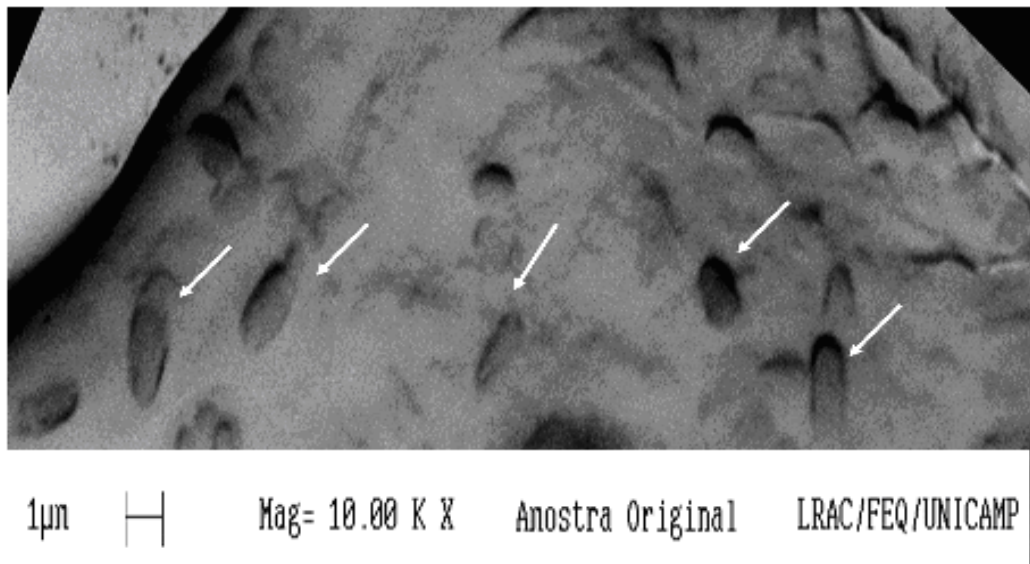


Figura 5. Micrografia de esporos de *B. stearothermophilus* (MEV, 10.000x)

CONCLUSÕES

Estes resultados confirmam a elevada resistência térmica dos esporos de *B. stearothermophilus* relatada anteriormente e a influência do meio de determinação dos parâmetros termobacteriológicos. Os esporos de *B. stearothermophilus* apresentam formato homogêneo, comprimento e diâmetro de 2 e 1 µm, respectivamente e são bons indicadores biológicos para avaliação de processos térmicos de esterilização.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BOUVERESSE, J.A., CERF, O, GUILBERT, S. CHEFTEL, J.C. Influence of extrusion cooking on the thermal destruction of *Bacillus stearothermophilus* spores in a starch-protein-sucrose mix. **Lebensm.-Wiss. u. -Technol**, v. 15, p. 135-38, 1982.
- BULUT, S., WAITES, W.M., MITCHELL, J.R. Effects of combined shear and thermal forces on destruction of *Microbacterium lacticum*. **Applied Environmental Microbiology**, v.65, n.10, p.4464-69, 1999.
- FEEHERRY, F., MUNSEY, D. e ROWLEY, D. B. Termal inactivation and injury of *Bacillus stearothermophilus* spores, **Applied Environmental Microbiology** v.53, n.2, p.365-70, 1987.
- KAUFFMAN, K.B.; HATCH, R.T. Shear effects on cell viability during extrusion of semi-moist foods. **Journal of Food Science**, v. 42, n. 4, p. 906-10, 1977.
- KUMAR, S. e NUSSINOV, R. How do thermophilic proteins deal with heat?. **Cellular and Molecular Life Sciences**, v.58, p. 1217-33, 2001.
- LEITÃO, M.F.F., JUNQUEIRA, V.C.A. Microbiologia Aplicada à esterilização de alimentos, In: GERMER, S.P.M. et al. **Princípios de esterilização de alimentos**. manual técnico v.10, 2 ed., Campinas:ITAL, p. 3-22, 1995.
- LETRARI, J., LIMA, H.O.S, VANIN, M. Esterilização térmica e parâmetros de morte microbiana do *Bacillus stearothermophilus* ATCC 7953. In: **IV ENTEC e II Workshop da UTFPR**, Anais... Campo Mourão, 7 a 10 de novembro, 2006.
- OKELO, P.O., WAGNER, D.D., CARR, L.E. et al. Optimization of extrusion conditions for elimination of mesophilic bacteria during thermal processing of animal feed mash. **Animal**

Feed Science and Technology, v. 129, p. 116-37, 2006.

ORSON, K.E., SORRELS, K.M. Thermophilic Anaerobic Sporeformers. In: VANDERZANT, C., SPLITTSTOESSER, D.F. **Compendium of methods for the microbiological examination of foods**. 3 ed., American Public Health Association: Washington, 1992. p. 245-8

PENNA, T.C.V, MACHOSHVILI, I.A. Esterilização térmica: Conceitos básicos da morte microbiana. **Revista Farmácia Bioquímica Univ. São Paulo**, sup. 1, p.1-5, 1997.

PINHO, C. e CRISITANINI, M. Three-dimensional mathematical modeling of microbiological destruction of *Bacillus stearothermophilus* in conductive baby food packed in glass container. **International Journal of Food Engineering**, v. 1, n. 2, 2005.

SEGNER, W.P, FRAZIER, W.C., CALBERT, H.E. Thermal inactivation of heat-resistant bacterial spores in milk concentrate at ultra-high temperatures, **Journal of Dairy Science**, v.46, n. 9, p. 891-6, 1963.

STUMBO, C.R. **Thermobacteriology in Food Processing**. Academic Press: Nova Iorque, 1965. 236p.

SEÇÃO 4

A TENSÃO DE CISALHAMENTO REDUZ A VIABILIDADE CELULAR DE ESPOROS TERMOFÍLICOS

RESUMO: Suspeita-se que cisalhamento possa estar envolvido na redução da viabilidade de microorganismos termoresistentes submetidos à extrusão. O objetivo deste experimento foi determinar o efeito da taxa de cisalhamento sobre a viabilidade de esporos de *B. stearothermophilus* sob escoamento viscométrico em reômetro capilar. Os esporos foram inoculados em mistura de milho e soja para contagem e umidade finais de 10^6 CFU/5g, e $30.0 \pm 0.30\%$, respectivamente. As amostras foram submetidas às taxas de cisalhamento aparentes variando de 728,6 a $3.643,0 \text{ s}^{-1}$, sob 80°C . O aumento da taxa de cisalhamento não reduziu a viabilidade dos esporos ($P = 0,29$), mas as contagens microbiológicas foram menores quando comparadas ao controle ($P < 0,001$). O perfil do gradiente de velocidade de escoamento ao longo do raio da matriz do capilar é consistente com as contagens. Baseados nos parâmetros termobacteriológicos dos esporos, a redução de viabilidade observada não pode ser explicada pelo efeito do calor isoladamente e confirma a hipótese do efeito do fenômeno mecânico sobre a redução celular.

Palavras-chave: *Bacillus stearothermophilus*, reômetro capilar, pasteurização

SHEAR STRESS REDUCES CELL VIABILITY OF THERMOFILIC SPORES

ABSTRACT: Shear may be involved in the viability reduction of thermophilic spores submitted to food extrusion. This experiment aimed to determine shear effects on the viability of bacterial spores under viscometric flow. *Bacillus stearothermophilus* spores were inoculated in the feed mixture to 10^6 CFU/5g, and $30.0 \pm 0.30\%$ moisture. Samples were submitted to apparent shear rates varying from 728.6 to $3,643.0 \text{ s}^{-1}$, at 80°C in a capillary rheometer. Increasing shear rate did not reduce the viability of spores ($P = 0.29$), but microbial counts were lower after treatments compared to control ($P < 0.001$). Flow velocity gradient along the die radius is consistent with the microbial counts. Based on thermobacteriological parameters of *B. stearothermophilus*, the viability reduction of spores with rheometer at 80°C can not be explained by thermal energy alone, and confirms the hypothesis of a mechanical phenomenon involved in the reduction of spores.

Key-words: *Bacillus stearothermophilus*, capillary rheometer, pasteurization

INTRODUÇÃO

Comercialmente, credita-se à máquina extrusora o poder de pasteurização dos alimentos e o calor seria o principal responsável pela redução da viabilidade celular nos extrusados. No entanto, alguns trabalhos indicam que a redução da viabilidade de microorganismos termooestáveis em alimentos extrusados não pode ser explicada somente pelo calor gerado no processo (KELLEY e WALKER, 2000; BULUT et al., 1999; LIKINAMI et al., 1990; BOUVERESSE et al. 1982). Outro fenômeno pode estar associado à redução microbiológica nos processos de extrusão.

Os efeitos do cisalhamento sobre a desnaturação e re-orientação das moléculas protéicas dos alimentos já são bastante conhecidos e largamente empregados na indústria alimentícia (LEONEL et al., 2006; ASCHERI e CARVALHO, 2006; CARVALHO et al., 2002; CESPEDDES, 1999; JACKIX, 1989). Segundo o conceito de “equivalência energética”, as energias térmica e de cisalhamento são aditivas no processo de cozimento (ZHENG e WANG, 1994). Assim, ambas as formas de energia seriam responsáveis pela transformação molecular do alimento.

Os reômetros são instrumentos que permitem estimar a taxa de cisalhamento do escoamento de um fluido em determinada deformação cisalhante e a tensão cisalhante correspondente (RAO, 1992). O reômetro capilar é um dispositivo que permite a mensuração das características reológicas de materiais submetidos à ampla variação de temperatura e taxa de cisalhamento, e seu princípio de funcionamento permite o controle destas variáveis.

Kauffman e Hatch (1977) demonstraram a relação inversa entre taxa de cisalhamento na extrusão e viabilidade celular de microorganismos em alimentos. Bulut et al. (1999) foram capazes de demonstrar a relação entre a mortalidade celular e o aumento da tensão de cisalhamento gerado em reômetro rotacional.

Segundo o conceito de “equivalência energética”, as energias térmica e de cisalhamento são aditivas no processo de cozimento (ZHENG e WANG, 1994) e ambas as formas de energia seriam responsáveis pela transformação do alimento. ZHENG et al. (1995) demonstraram a redução estrutural do amido sob cisalhamento a temperatura de 40 °C,

obtendo partículas menores que 0,5 μm . Esporos de *B. stearothermophilus* apresentam-se como bastonetes com diâmetro e comprimento aproximados de 1 e 2 μm , respectivamente (Seção 3), e com base em suas dimensões, pode-se supor que também sejam passíveis de sofrer o efeito da tensão de cisalhamento.

Teoricamente, a pressão hidrostática necessária para ruptura de materiais homogêneos, isotrópicos e contínuos em sistema isotérmico tende ao infinito, e a ruptura nestes casos só pode ser explicada pela tensão deviatórica (cisalhante) (FABBRO et al., 2002). Assim, a resistência dos materiais à tensão cisalhante é menor quando comparada à resistência à tensão hidrostática. Organismos unicelulares, a rigor, não apresentam características de homogeneidade, isotropia e continuidade para satisfazer este quadro teórico, mas pode-se especular que a sua resistência à tensão deviatórica também seja menor.

O objetivo deste experimento foi determinar a característica de escoamento de uma mistura de milho e soja moídos, e o efeito da taxa de cisalhamento sobre a viabilidade de esporos termoestáveis semeados na mistura, quando submetidos ao escoamento viscométrico em um reômetro capilar.

MATERIAL E MÉTODOS

Preparação dos materiais. O experimento foi realizado na Faculdade de Engenharia Agrícola da Unicamp. Esporos de *Bacillus stearothermophilus* ATCC 7953 foram adquiridos na Fundação André Tosello, em Campinas, mantidos em suspensão em solução salina. Durante o período experimental, foram mantidos sob refrigeração a 5 °C.

Utilizou-se, como veículo dos esporos, grãos de milho e soja misturados na proporção de 70:30 (massa:massa). O material foi moído em moinho a martelo, resultando em diâmetro geométrico médio de $542,39 \pm 42,98 \mu\text{m}$, determinado pelo método ANSI/ASAE S319.3 (ASAE, 2004). A composição centesimal das amostras foi determinada pelo método AOAC (1984) em laboratório externo, e os teores de cinzas, extrato etéreo e proteína bruta, com base na matéria-seca foram $2,66 \pm 0,09$; $7,61 \pm 0,07$ e $19,7 \pm 0,81\%$ respectivamente.

Para evitar quaisquer interferências de outros microorganismos neste experimento, esta mistura foi acondicionada a vácuo e esterilizada por irradiação gama à dose de 25 kGray

no irradiador do Instituto de Pesquisas Nucleares (IPEN, Universidade de São Paulo), e mantidas congeladas até o momento da semeadura dos esporos.

Os esporos foram suspensos em solução salina (0,85%, pH 6,7) e misturados à mistura milho-soja estéril com auxílio de uma batedeira doméstica na proporção de 200 mL de solução para 800 g da mistura, para contagem e umidade finais de 10^6 UFC/5g e $30,00 \pm 0,30\%$. Para evitar quaisquer contaminações, tal procedimento foi realizado em capela de fluxo laminar. A contagem de esporos, em diversos pontos da massa, indicou que este método de aplicação foi satisfatório, com coeficientes de variação abaixo de 10%. A umidade na massa foi confirmada pelo método gravimétrico, após secagem em estufa de ar forçado a 105°C por 24h. Após a mistura, o material foi armazenado sob refrigeração (5°C) por 48 h até o início dos experimentos.

Caracterização reológica do material e perfil do escoamento. O experimento consistiu em submeter a massa de milho e soja semeados com os esporos à diferentes taxas de cisalhamento aparente ($\dot{\gamma}_{ap}$), utilizando a técnica da reometria capilar. Para tanto, acoplou-se o reômetro capilar, já descrito anteriormente (FRAIHA et al., 2007, Seção 1), a uma máquina universal de ensaios, que proveu a força motriz para o deslocamento do pistão do reômetro e escoamento da massa através da matriz capilar (Figura 1). Utilizou-se uma matriz com diâmetro interno de 3 mm e relação comprimento:diâmetro de 10:1. Variou-se a taxa de cisalhamento aparente impondo-se diferentes taxas de escoamento da massa, pela variação da velocidade de deslocamento do pistão do reômetro capilar. A temperatura da massa foi mantida constante a $80 \pm 1^\circ\text{C}$ durante todo o experimento para todos os tratamentos.

As taxas de cisalhamento aparente impostas foram 728,6; 1.457,2; 2.185,8 e $3.643,0 \text{ s}^{-1}$, estimadas pela seguinte equação:

$$\dot{\gamma}_{ap} = \frac{32Q_c}{\pi D_c^3} \quad (1)$$

onde Q_c é a vazão volumétrica no capilar, determinado pela área e velocidade do pistão (v_p):

$$Q_c = \frac{v_p \pi D_p^2}{4} \quad (2)$$

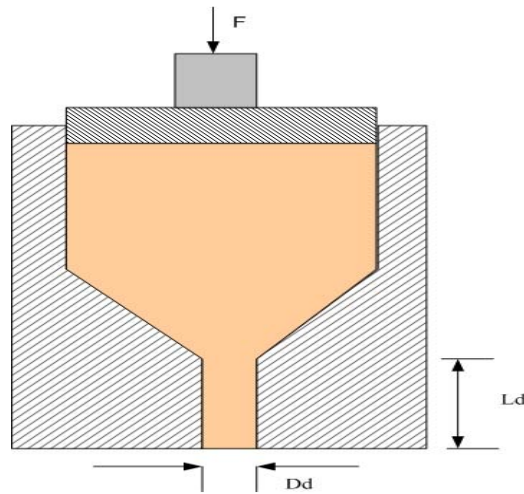


Figura 1. Representação esquemática do reômetro capilar, F- aplicação de força; Dd - diâmetro interno da matriz capilar; Lc - comprimento da matriz capilar

A tensão de cisalhamento na parede do capilar τ_{pc} pode ser relacionada à queda de pressão ao longo do capilar (ΔP_c) pela equação:

$$\tau_{pc} = \frac{\Delta P_c D_c}{4L_c} \quad (3)$$

O valor da perda de pressão na entrada do capilar, devido à convergência do fluido e perda de energia cinética foi corrigido pela mensuração da curva de força requerida para escoamento do material em matrizes com comprimento próximo a zero ($L_c = 0$), e mesmo diâmetro das matrizes de teste. Assim, ΔP_c pode ser calculada:

$$\Delta P_c = \frac{4[F_p(L_c) - F_p(L_c = 0)]}{\pi D_p^2} \quad (4)$$

onde D_p é o diâmetro do pistão e F_p é a força aplicada ao pistão.

Na Figura 2 apresenta-se a curva característica da resposta de força à deformação da massa obtida pelo deslocamento do pistão do reômetro ao longo do tempo.

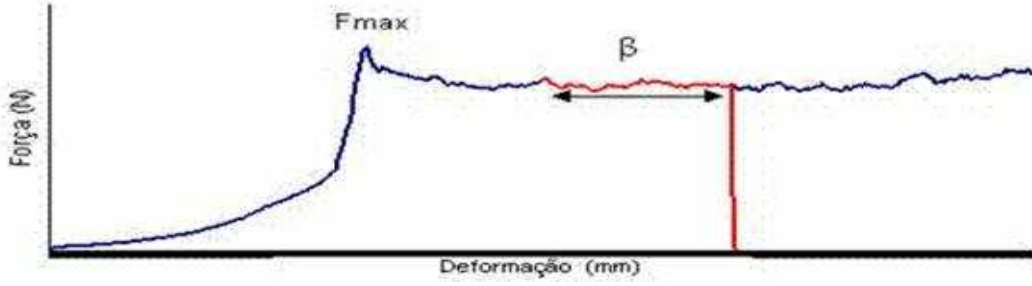


Figura 2. Curva de registro da força em função da deformação imposta à amostra no capilar; β - região da curva para coletada de dados, coincidente com estabilização da força; F_{max} - força máxima que coincide com início do escoamento.

Para cálculo de ΔP_c , obteve-se um valor médio da força (F) a partir das curvas de tensão-deformação geradas no experimento, considerando apenas os valores do trecho β , que coincide com a estabilização da força aplicada (Figura 1). F_{max} representa a força para iniciar o escoamento do material através da matriz capilar e β representa a deformação necessária para descolar um volume interno da matriz do ensaio correspondente. A distância entre F_{max} e o início de β é igual a β , de forma que a obtenção de dados para os cálculos coincide com o regime da resposta de força à deformação imposta. Este procedimento permitiu a obtenção de dados com coeficientes de variação ao redor de 3%.

A estimativa da taxa de cisalhamento na parede do capilar ($\dot{\gamma}_{pc}$) foi obtida aplicando-se a correção de Rabinowitsch à taxa de cisalhamento aparente:

$$\dot{\gamma}_{pc} = \left(\frac{3n+1}{4n} \right) \dot{\gamma}_{ap} \quad (5)$$

onde n é o índice do comportamento do escoamento, dado por:

$$n = \frac{(d \log \dot{\gamma}_{ap})}{(d \log \sigma_{pc})} \quad (6)$$

A viscosidade aparente na parede do capilar (η) é determinada por:

$$\eta = \frac{\sigma_{pc}}{\dot{\gamma}_{pc}} \quad (7)$$

O comportamento reológico do material foi representado pelo modelo da Lei da Potência ($1p$):

$$\eta_{lp} = K_{lp} (\dot{\gamma}_{pc})^{n-1} \quad (8)$$

Assumindo que o escoamento no capilar seja laminar, o perfil de velocidade do escoamento relativo à parede do capilar, delimitado por seu raio R , pode ser estimado (RAO e ANANTHESWARAN, 1982):

$$\frac{u}{u_m} = \left(\frac{3n+1}{n+1} \right) \left[1 - \left(\frac{r}{R} \right)^{\frac{n+1}{n}} \right] \quad (9)$$

onde u é a velocidade na posição radial r , u_m é a velocidade média do escoamento no capilar, estimado pelo volume de material escoado pelo deslocamento do pistão.

De acordo com Darby (1976) e Rao e Anantheswaran (1982), o perfil de distribuição da tensão de cisalhamento sobre o escoamento do material em um tubo pode ser estimado:

$$\sigma_{rz} = \frac{r}{R} \sigma_{pc} \quad (10)$$

onde τ_{rz} é a tensão cisalhante na posição radial r .

Contagem dos esporos. Após cada tratamento, procedeu-se a recuperação dos esporos, em 1 g de amostra diluído em 49 mL de solução fisiológica estéril e agitação vigorosa com auxílio de um "mixer" doméstico. Uma alíquota de 5 mL foi depositada em tubo TDT, com diâmetro de 10 mm, estéril e submetida ao banho-maria a 80 °C por 15 min, seguida de resfriamento rápido, em banho de gelo, até temperatura ambiente, para suscitar a germinação dos esporos. A contagem dos esporos foi feita pelo método de leitura direta em placas, em ágar dextrose-triptona, incubados a 50 °C por 48 h, de acordo com a metodologia descrita por Orson e Sorrels (1992). O meio de cultura foi preparado com água destilada, seu pH foi corrigido para 7,1 e esterilizado em autoclave a 121 °C por 20 min. Toda contagem foi realizada em quadruplicatas. A manipulação das amostras e semeadura foi realizada em capela de fluxo laminar. Os resultados foram expressos em número de unidades formadoras de colônias por 5 g de amostra, em base logarítmica. O percentual de microorganismos sobreviventes foi expresso pela relação entre o número de sobreviventes após o ensaio (N) e o número inicial de microorganismos (N_0).

Imagens dos esporos foram obtidas através do microscópio eletrônico de varredura (MEV) (LEO, 440i, Inglaterra). As amostras foram previamente secas com sílica gel em dessecador, seguido de recobrimento com ouro-paládio.

Análise dos dados. A verificação da normalidade da distribuição dos dados baseou-se no teste Kolmogorov-Smirnov (LILLIEFORE, 1967). Procedeu-se a análise de regressão dos dados de contagem microbiológica em função da taxa de cisalhamento. As médias de percentual de sobreviventes obtidas em cada nível do tratamento foram contrastadas com a amostra original pelo teste de Dunnett. Os resultados foram expressos como média \pm erro padrão. Os dados foram analisados com auxílio do software Minitab versão 14.1 e SAS versão 9.1.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Característica reológica do material e perfil de escoamento. Os valores do coeficiente de consistência K e do índice de comportamento do escoamento n do modelo da Lei da Potência obtidos foram $16.165 \text{ Pa.s}^{0,13}$ e 0,13, respectivamente. Os valores das tensões de cisalhamento na parede do capilar foram 40,8; 62,9; 56,2 e 46,1 kPa para as taxas de cisalhamento aparente de 728,6; 1.457,2; 2.185,8 e 3.643,0, respectivamente.

A mistura de milho e soja, no presente experimento, apresentou comportamento pseudoplástico, como esperado para grãos de cereais (LI et al., 2004; CARVALHO et al., 2004; ALAVI et al., 2002; SINGH e SMITH, 1999; BAGLEY et al., 1998; PADMANABHAN e BHATTACHARYA, 1991; SENOUCI e SMITH, 1988). A viscosidade aparente do material na parede do capilar decresceu com o aumento da taxa de cisalhamento, e variou de 55 a 13 Pa.s.

Estes resultados estão de acordo com o comportamento previsto na Seção 2, nas condições de 30,4% de umidade e 80 °C na massa, quando se trabalhou com taxas de cisalhamento aparente variando de 30 a 728 s^{-1} , e obteve-se viscosidade aparente na parede do capilar variando de 636,7 a 58,0 Pa.s.

A Figura 3 apresenta o perfil de velocidade e a distribuição da tensão cisalhante sobre

o escoamento laminar de um fluido em um tubo. A velocidade de escoamento aumenta da parede até o centro do tubo, enquanto a tensão cisalhante decresce.

Em regime, uma porção anular de fluido próximo à parede escoando por um cilindro experimenta o gradiente de velocidade, sendo que as partes do fluido se movimentam em relação às adjacências. Um material pseudoplástico não é um fluido puro, comportando-se como um sólido rígido para tensões abaixo da tensão mínima para escoamento (τ_0) (DARBY, 1976). Se $\tau_{pc} > \tau_0$, o material se comportará como um fluido na parede do capilar e escoará. No entanto, como τ_{rz} decresce à medida que r decresce ($\tau_{rz} = \text{zero}$ no centro do capilar), haverá um determinado valor de r onde $\tau_{rz} = \tau_0$, onde a transição de fluido para sólido ocorre.

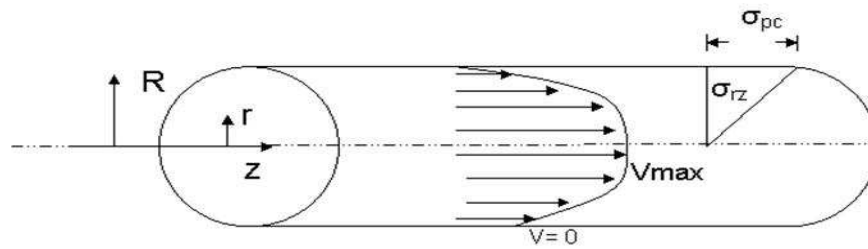


Figura 3. Perfil de velocidade de escoamento e distribuição da tensão cisalhante sobre um fluido em escoamento laminar em um tubo. τ_{pc} é a tensão cisalhante na parede do capilar, τ_{rz} é a tensão cisalhante na posição radial r , V_{max} é a velocidade máxima de escoamento no centro do tubo, R é o raio, r é a posição radial no tubo.

O perfil de velocidade do escoamento, considerando-se $n = 0,13$ estimado para o material deste estudo, e a distribuição da tensão cisalhante ao longo do raio da matriz é representado na Figura 4. O valor de r/R indica a posição radial no interior do capilar, sendo que zero representa o centro radial do capilar e 1 a sua parede. Observa-se que o volume equivalente a 0,7 do raio interno do capilar é preenchido pela massa que não está submetida ao gradiente de velocidade e, teoricamente, coincide com $\tau_{rz} = \tau_0$. Este volume equivale a aproximadamente 50% do material escoado.

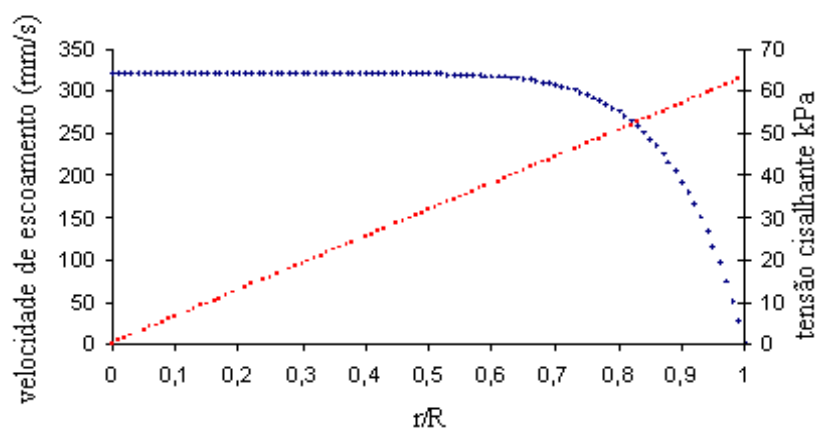


Figura 4. Perfil de velocidade do escoamento da amostra (linha azul) e tensão cisalhante (linha vermelha) no interior do capilar, em função da relação r/R . O material desloca-se à velocidade constante do centro do tubo até $0,7 R$. Deste ponto em diante, a velocidade decresce até zero na parede do capilar (R). A partir de $0,85$ até $1R$, o decréscimo é aproximadamente linear.

Contagem dos esporos. A utilização de esporos termodúricos facilitou as contagens microbiológicas no presente experimento. Contaminações das placas de contagens por outros microorganismos foram inexistentes, visto a necessidade de choque térmico para sua germinação e uso de meio de cultura específico. Assumiu-se ausência de crescimento indesejado do *B. stearothermophilus* durante o experimento, visto sua condição esporulada, que requereu choque térmico para desencadeamento da germinação, e seu posterior crescimento vegetativo, antes das contagens.

O resultado da contagem microbiológica é apresentado na Tabela 1. O comparativo de médias de todos os tratamentos contra a média testemunha indicou que o escoamento do material semeado pela matriz capilar, para as taxas de cisalhamento impostas, reduziu a viabilidade dos microorganismos de forma significativa ($P < 0,001$), exceto para o tratamento com taxa de cisalhamento de $2.185,8 \text{ s}^{-1}$. A análise de regressão do número de microorganismos em função da taxa de cisalhamento, indicou que o aumento desta não teve qualquer efeito sobre a viabilidade dos microorganismos ($P = 0,29$).

Tabela 1. Número de esporos viáveis em função da taxa de cisalhamento imposta à massa.

Tx cisalhamento aparente (s ⁻¹)	Log n.esporos viáveis 5 g amostra	Média percentual da redução da viabilidade ¹	P
0	5,79 ± 0,03a	-	-
728,6	5,42 ± 0,07b	50,89	<0,001
1.457,2	5,50 ± 0,05b	46,03	<0,001
2.185,8	5,72 ± 0,03a	15,14	0,091
3.643,0	5,59 ± 0,04b	34,92	<0,001

1. Calculado com base na média dos valores de esporos viáveis na amostra antes da transformação logarítmica; Letras diferentes indicam médias diferentes em relação à testemunha, P - Nível de probabilidade, Teste de Dunnett.

A redução microbiológica aqui observada não pode ser explicada por sua exposição ao calor. Os esporos de *B. stearotherophilus* são notoriamente conhecidos pela sua resistência térmica (PINHO e CRISTIANINI, 2005; LETRARI et al., 2006). Para a cepa utilizada neste experimento, o valor de redução decimal a 121,1 °C (D_{121,1°C}) e o valor z, determinados na mistura milho e soja, foram 14,2 min e 23,7 °C respectivamente (Seção 3). A partir destes valores, estima-se que o tempo necessário para a redução de viabilidade observada exclusivamente em função da temperatura deste ensaio, que foi de 80 °C, seria de aproximadamente 340 min. O tempo de residência da massa no reômetro para estabilização da temperatura, somado ao tempo de residência de escoamento da massa pelo capilar não foi maior que 5 min, mesmo nos ensaios com taxa de deformação menor.

A pressão estimada na entrada do capilar para a maior taxa de cisalhamento ficou abaixo de 4.000 kPa, o que representa duas ordens de magnitude abaixo do necessário para destruição de microorganismos (PAQUIN et al., 2002; NIVEN e MACKEY 1999; BENITO e MACKEY 1999; HAYAKAWA et al., 1994).

Os dados obtidos neste experimento parecem indicar que estes microorganismos, mesmo suspensos na massa do alimento, são passíveis de ruptura por tensão cisalhante. No entanto a técnica utilizada não permitiu a visualização de esporos rompidos após os tratamentos (Figura 5).

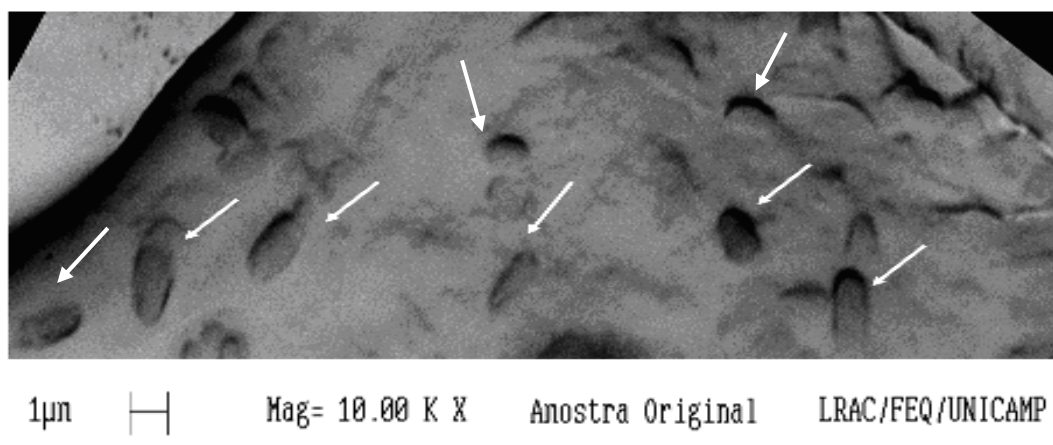


Figura 5. Esporos de *B. stearothermophilus* indicados pelas setas. MEV, 10.000x.

Os dados microbiológicos indicam que os tratamentos resultaram em contagem celular menor, que variou de 15 a 51%, aproximadamente (Tabela 1). Este dado é coerente com a teoria do perfil de distribuição de tensão cisalhante no material ao longo do raio do capilar. O estudo de Zheng e Wang (1995) sobre a cinética de conversão do amido sob cisalhamento indicou que a deformação e quebra destes grânulos requer uma tensão mínima para sua expressão. A redução microbiológica neste estudo parece estar associada ao rompimento estrutural dos microorganismos, e supõe-se que também requeira um limiar de tensão para que ocorra. Tal limiar de tensão cisalhante está, seguramente, acima de τ_0 , o que representaria um volume cisalhado passível de destruição microbiológica abaixo de 50% do volume total escoado.

CONCLUSÕES

A mistura de grãos de milho e soja apresentou comportamento pseudoplástico sob escoamento viscométrico.

Observou-se redução da viabilidade de esporos de *B. stearothermophilus* na ordem de 16 a 51% nas amostras submetidas ao escoamento pelo capilar. Tal redução não pôde ser explicada somente pelo calor e está coerente com o volume de material submetido ao gradiente de velocidade do escoamento da massa no interior do capilar, indicando que a tensão cisalhante foi capaz de alterar a viabilidade dos esporos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AOAC, ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis**. 14 ed., Washington, DC, 1984. 1141p.
- ALAVI, S.H., CHEN, K.H, RIZVI, S.S.H. Rheological characteristics of intermediate moisture blends of pregelatinized and raw wheat starch. **Journal of Agricultural Food Chemistry**, v.50, p. 6740-45, 2002.
- ASAE. Method of determining and expressing fineness of feed materials by sieving. ANSI/ASAE S319.3. In: **Agricultural Engineers Yearbook of Standard**. ASAE:St. Joseph, 51 ed., 2004. p.578-81.
- ASCHERI, J.L.R., CARVALHO, C.W.P. Características de fubá extrusado. **Comunicado Técnico**, Embrapa CTAA:Rio de Janeiro, n. 98, dezembro 2006.
- BAGLEY, E.B., DINTZIS, F.R., CHAKRABARTI, S. Experimental and conceptual problems in the rheological characterization of wheat flour doughs. **Rheologica Acta**, v.37, p.556-65, 1998.
- BENITO, A., MAKEY, B. Strain differences in resistance to high pressure and mild heat in isolates of Escherichia coli O157. In: LUDWIG, H. **Advances in high pressure bioscience and biotechnology, Proceedings of the International Conference on High Pressure Bioscience and Biotechnology**, Springer: Heidelberg, 1999. p.35-38.
- BOUVERESSE, J.A., CERF, O, GUILBERT, S. CHEFTEL, J.C. Influence of extrusion cooking on the thermal destruction of Bacillus stearothermophilus spores in a starch-protein-sucrose mix. **Lebensm.-Wiss. u. -Technol**, v. 15, p. 135-38, 1982.
- BULUT, S., WAITES, W.M., MITCHELL, J.R. Effects of combined shear and thermal forces on destruction of Microbacterium lacticum. **Applied Environmental Microbiology**, v.65, n.10, p.4464-69, 1999.
- CARVALHO, C.W.P, ASCHERI, J.L.R e MITCHELL, J.R. Capillary rheometry of maize and wheat: effect of sugar and temperature. **Alimentaria**, p.109-18, setembro, 2004.
- CARVALHO, R.V., ASCHERI, J.L.R., CAL-VIDAL, J. Efeito dos parâmetros de extrusão nas propriedades físicas de pellets (3G) de misturas de farinhas de trigo, arroz e banana.

Ciência agrotecnologia, v.26, n.5. p 1006-18, 2002.

CESPEDES, M. A. L. **Otimização do processo de extrusão da polpa de laranja: modificação das propriedades funcionais e sua aplicação como fonte de fibra alimentar**, 1999, 163 p., Tese (Doutorado Engenharia de Alimentos), Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas, 1999.

DARBY, R. **Viscoelastic fluids, an introduction to their properties and behavior**. Nova Iorque:Marcel Dekker, 1979. 638p.

FABBRO, I.M.D; CREN, E.C.; LINO; A.C. et al., **Propriedades físicas e mecânicas de materiais bilógicos**. 1 ed., Lavras: UFLA, 2002. 45 p.

FRAIHA, M., BIAGI, J.D., FERRAZ, A.C.O, SVERZUT, C. Projeto e construção de reômetro capilar. In: **Congresso Brasileiro de Engenharia Agrícola, 36**, Bonito, Sociedade Brasileira de Engenharia Agrícola, *Anais...*, 2007.

HAYAKAWA, I., KANNO, T., TOMITA, M. et al. Application of high pressure for spore inactivation and protein denaturation. **Journal of Food Science**, v. 59, n. 1, p. 159-63, 1994.

JACKIX, M. N. H. **Desenvolvimento de produtos protéicos de tremoço doce (Lupinus albus L.) por extrusão termoplástica: Influência das variáveis de processo nas propriedades funcionais**. 1989, 142p., Tese (Doutorado Engenharia de Alimentos), Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas, 1989.

KAUFFMAN, K.B.; HATCH, R.T. Shear effects on cell viability during extrusion of semi-moist foods. **Journal of Food Science**, v. 42, n. 4, p. 906-10, 1977.

KELLEY, T.R., WALKER, P.M. Bacterial concentration reduction in swine waste amended livestock feed using a single-screw dry-extrusion process. **Bioresource Technology**, v. 75, p. 189-95, 2000.

LEONEL, M., MISCHAN, M.M., PINHO, S.Z. et al. Efeitos de parâmetros de extrusão nas propriedades físicas de produtos expandidos de inhame. **Ciência e Tecnologia Alimentos**, v 26, n.2, p 459-64, 2006.

LETRARI, J., LIMA, H.O.S, VANIN, M. Esterilização térmica e parâmetros de morte microbiana do *Bacillus stearothermophilus* ATCC 7953. In: **IV ENTEC e II Workshop da**

UTFPR, Anais... Campo Mourão, 7 a 10 de novembro, 2006.

LI, P.X., CAMPANELLA, O.H., HARDACRE, A.K. Using a in-line slit-die viscometer to study the effects of extrusion parameters on corn melt rheology. **Cereal Chemistry**, v. 81, n.1, p. 70-6, 2004.

LIKINAMI, T.A. SOFOS, J.N. MAGA, J.A et al. Methodology to determine destruction of bacterial spores during extrusion cooking. **Journal of Food Science**, v. 55, n. 5, p. 1388-93, 1990.

LILLIEFORE, H.W. On the Kolmogorov-Smirnov Test for Normality with mean and variance unknown. **Journal of the American Statistical Association**, v. 62, p. 399-402, 1967.

NIVEN, G.W. e MAKEY, B. Robosome analysis in vivo by differential scanning calorimetry: the effects of high pressure on Escherichia coli. In: LUDWIG, H. **Advances in high pressure bioscience and biotechnology. Proceedings of the International Conference on High Pressure Bioscience and Biotechnology**, Springer: Heidelberg, 1999. p.43-46.

ORSON, K.E., SORRELS, K.M. Thermophilic Anaerobic Sporeformers. In: VANDERZANT, C., SPLITTSTOESSER, D.F. **Compendium of methods for the microbiological examination of foods**. 3 ed., American Public Health Association:Washington, 1992. p. 245-8

PADMANABHAN, M., e BHATTACHARYA, M. Analysis of pressure drop in extruder dies. **Journal of Food Science**, v. 54, n. 3, p. 709-13, 1989.

PAQUIN, P., GIASSON, J., VACHON, J.F., FLISS, I. **Inactivation of food spoilage and pathogenic microorganisms by dynamic high pressure**. U.S. Patent No. 09926622, 2002.

PINHO, C. e CRISITANINI, M. Three-dimensional mathematical modeling of microbiological destruction of Bacillus stearothermophilus in conductive baby food packed in glass container. **International Journal of Food Engineering**, v. 1, n. 2, 2005.

RAO, V.N.M. Classification, description and measurement of viscoelastic properties of solid foods. In: RAO, V.M.A, STEFFE, J.F. (Ed.) **Viscoelastic properties of foods**, Londres:Elsevier, 1992. p. 3-48.

RAO, M.A., ANANTHESWARAN, R.C. Rheology of fluids in food processing. **Food Technology**, Fevereiro, 1982.

SENOUCI, A. e SMITH, A.C. An experimental study of food melt rheology, I. Shear viscosity using a slit die viscometer and a capillary rheometer. **Rheologica Acta**, v.27, p. 546-54, 1998.

SINGH, N., SMITH, A.C. Rheological behavior of different cereals using capillary rheometry. **Journal of Food Engineering**, v. 39, p. 203-09, 1999.

ZHENG, X., CHIANG, W.C., WANG, S.S. Effect of shear energy on size reduction of starch granules in extrusion. **Starch/Stärke**, v. 47, n. 4, p. 146-51, 1995.

ZHENG, X., WANG S.S. Shear induced starch conversion during extrusion. **Journal of Food Science**, v. 59, n. 5, p. 1137-1143, 1994.

SEÇÃO 5

TEMPERATURA E CONFIGURAÇÕES DA MATRIZ E ROSCA AFETAM AS PROPRIEDADES FUNCIONAIS DE MILHO E SOJA EXTRUSADOS

RESUMO: O objetivo deste trabalho foi avaliar os parâmetros de operação da extrusora de rosca simples sob diferentes condições de temperatura e configurações de matriz e rosca, bem como seus efeitos sobre as propriedades funcionais de milho e soja extrusados. A mistura de grãos de milho e soja moídos com umidade de 30% foi submetida ao processamento em extrusora de rosca simples, operada variando-se a temperatura na terceira zona do cilindro (80 e 140 °C), taxa de compressão da rosca (1:1 e 3:1), diâmetro interno da matriz (3,8 e 4,9 mm) e velocidade de rotação da rosca (65 e 150 rpm). A taxa de cisalhamento nominal, estimada a partir das dimensões da rosca e sua velocidade de rotação, variou de 492,1 a 2.416,6 s⁻¹. Foram mensurados a pressão estática sobre a massa, o tempo mínimo e máximo de residência e a vazão, como indicativos de operação da extrusora, e os índices de expansão radial e longitudinal, índices de absorção e solubilidade em água, quebra de viscosidade e tendência à retrogradação e entalpia de transição térmica para conversão do amido do extrusados, indicativos do seu grau de cozimento. A temperatura foi o fenômeno responsável pelas maiores alterações nas variáveis de operação e propriedades funcionais das amostras. A variação da taxa de cisalhamento, decorrente da alteração da taxa de compressão da rosca, resultou em maior cozimento da massa. No entanto, a variação da taxa de cisalhamento pelo aumento da rotação da rosca não resultou em diferença no cozimento.

Palavras chave: ração, extrusão, cisalhamento, cozimento, processamento de ração

**HEAT AND DIE AND SCREW DIMENSIONS EFFECTS ON THE OPERATIONAL PARAMETERS
OF SINGLE SCREW EXTRUDER AND ON THE FUNCTIONAL PARAMETERS OF FEED EXTRUDATES**

ABSTRACT: This paper describes the evaluation of operating parameters of a single screw extruder under different temperatures, and die and screw configurations during feed extrusion. Some functional properties of extrudates were studied as parameters of cooking. A corn and soy mixture, with 30% moisture, was submitted to a single screw extruder, with different operational parameters: temperatures at the third zone (80 and 140 °C), screw compression ratio (1:1 and 3:1), inner diameters of die (3.8 and 4.9 mm) and rotational speed of screw (65 and 150 rpm). Based on screw dimensions and speed, nominal shear rate was estimated varying from 492.1 to 2,416.6 s⁻¹. Process parameters and functional properties of the extrudates were evaluated. Heat is responsible for major changes on the functional properties of extrudates. Shear rate variation due to changes in compression ratio of the screw resulted in different degree of feed cooking. However, shear rate variation due to screw speed change did not influence the functional properties of extrudates.

Key words: feed, extrusion, shear, cooking, feed processing

INTRODUÇÃO

Vários autores demonstraram que a extrusão pode reduzir a viabilidade de organismos unicelulares (QUÉGUINER et al., 1989; LIKINAMI et al., 1990; KELLEY e WALKER, 1999) e alguns trabalhos sugerem que outro fenômeno, além do calor, possa estar envolvido na redução da viabilidade microbiológica de alimentos extrusados (KAUFFMAN e HATCH, 1977; BOUVERESSE et al., 1982; BULUT et al., 1999; KELLEY e WALKER, 2000; OKELLO et al., 2006).

De acordo com o conceito de equivalência energética (ZHENG e WANG, 1994), calor e cisalhamento são responsáveis pela transformação molecular do alimento durante a extrusão. Zheng et al. (1995) reportaram que o cisalhamento causa expressivo rompimento da estrutura do amido, e conseqüentemente redução do seu peso molecular.

Na Seção 4, demonstrou-se que a tensão cisalhante desenvolvida durante o escoamento de amostra de milho e soja em reômetro capilar altera a viabilidade de esporos de *B. stearothermophilus* semeados nestas amostras, o que reforça a hipótese de interação de fenômenos para explicar a redução microbiológica durante a extrusão de alimentos.

Os principais fenômenos observados na extrusão de alimentos são a geração de calor, pressão e cisalhamento. Assim, para avaliar a interação hipotética entre aquelas variáveis sobre a massa durante a extrusão, é necessário seu controle que, teoricamente, pode ser obtido pela manipulação do fluxo de calor fornecido ao sistema, restrição ao escoamento imposto pela configuração da matriz, e taxa de compressão ou velocidade de rotação da rosca, em extrusoras monoroscas de bancada.

As configurações da extrusora para obtenção de resposta sobre a viabilidade celular não estão estabelecidas. Porém, é sabido que os índices indicativos do grau de cozimento de ingredientes ricos em amido submetidos à extrusão são sensíveis às variações de temperatura da massa, e alteração das configurações da rosca e matriz (ASCHERI, 2007b). Como abordagem inicial, assumiu-se que as alterações de configuração de operação capazes de alterar o grau de cozimento do amido também resultam na alteração da viabilidade microbiológica, o que permite a comparação e confirmação de ambos os resultados entre si.

Os objetivos deste trabalho foram: 1) avaliar a adequação do controle da temperatura, pressão e taxa de cisalhamento da extrusão sobre a massa de alimentos, através do

aquecimento das paredes do cilindro, alteração da configuração da matriz, e alterações da configuração e velocidade de rotação da rosca, respectivamente, utilizando extrusora monorosca; 2) mensurar os efeitos das variáveis sobre o grau de cozimento do amido contido nas amostras de milho e soja.

Fundamentos Teóricos

As fontes de calor na extrusora são: a dissipação viscosa da energia mecânica líquida utilizada para impulsionar a rosca, a transferência de calor pela parede do cilindro, e o calor latente do vapor condicionador injetado diretamente sobre a matéria-prima ou através da parede do cilindro (HARPER, 1992), os quais são relativamente fáceis de controlar.

A pressão sobre a massa pode ser controlada pela configuração da matriz. A produtividade do processo de extrusão é dependente do escoamento volumétrico da matriz, e é função da geometria da matriz e reologia da matéria-prima (MILLER e MULVANEY, 2000):

$$Q_{matriz} = k P \mu^{-1} \quad (1)$$

onde, Q_{matriz} é o escoamento volumétrico na matriz, P representa a pressão de operação, μ representa a viscosidade do produto, e k representa a constante da matriz. A geometria da matriz, representada por k é um componente da resistência ao escoamento. Para uma dada viscosidade, a resistência ao escoamento é proporcional a k^{-1} . Esta resistência é maior para matrizes com paredes mais espessas e com áreas vazadas menores (MILLER e MULVANEY, 2000). Para uma dada vazão volumétrica constante gerada pelo acionamento da rosca, a redução de k resulta em aumento proporcional de P .

A taxa de cisalhamento nominal do conjunto cilindro-rosca da extrusora simples é passível de estimação. A geometria do conjunto rosca-cilindro do extrusor de rosca única pode ser simplificada para facilitar a descrição dos padrões de escoamento (MILLER e MULVANEY, 2000; HOUT et al., 1998; GOPALAKRISHNA e JALURIA, 1991; BRUIN al., 1978). Esta simplificação baseia-se na configuração do extrusor de rosca única como um canal helicoidal contínuo em torno do eixo da rosca, fechado pelo próprio eixo abaixo, pela parede do cilindro acima, e pelas hélices lateralmente. A linearização deste canal helicoidal resulta em um canal retangular de largura W , altura H por onde a massa esco (Figura 1). Esta simplificação assume escoamento em regime, força inercial e gravitacional desprezíveis, pequeno vazamento da massa pelos espaços entre cilindro e hélices em relação ao escoamento

total, largura do canal muito maior do que a altura ($W \gg H$), curvatura do canal pequena em relação ao comprimento, escoamento laminar, e material incompressível.

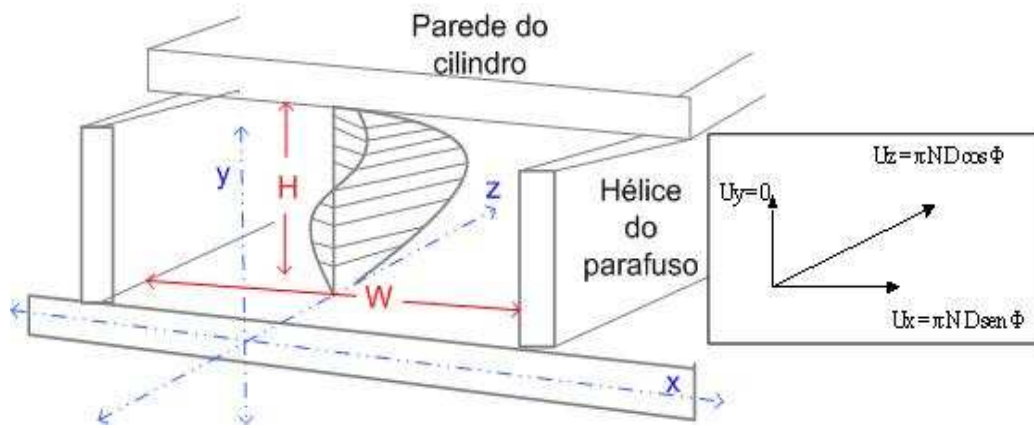


Figura 1. Representação do canal retangular resultante da linearização do canal da extrusora de rosca única. W - largura, H - altura, U_y , U_z , U_x - velocidades do escoamento nas direções y , z e x .

Com estas simplificações, o escoamento no canal do extrusor de rosca única é reduzido ao escoamento em um canal retangular de largura W e altura H , com uma parede (cilindro, Figura 1) movendo à velocidade U_z .

$$U_z = \pi N D \cos \Phi \quad (2)$$

A velocidade na direção y é nula, $U_y = 0$, e a velocidade na direção U_x é dado por:

$$U_x = \pi N D \sin \Phi \quad (3)$$

Um determinado ponto na massa está sofrendo rotação e translação simultaneamente. Esta simplificação também possibilita a estimativa da taxa de cisalhamento nominal promovido pela rosca em estudo (HARPER, 1992).

O cisalhamento simples compõe um tipo especial de escoamento dito viscométrico, onde apenas um componente da velocidade é diferente de zero, e tal componente varia na direção normal ao escoamento. É possível deduzir uma expressão para avaliar a taxa de cisalhamento aparente nominal no canal da rosca e a parede do cilindro ($\dot{\gamma}_r$):

$$\dot{\gamma}_r = \pi N D Y^{-1} \quad (4)$$

onde Y é a profundidade do canal da rosca (H), ou o espaço entre a hélice e o cilindro (δ), N é

a rotação da rosca (rpm), D é o diâmetro do cilindro, e a taxa de cisalhamento é expressa em s^{-1} . Assim, a variação da taxa de cisalhamento aparente nominal é função da geometria e/ou velocidade de rotação da rosca.

MATERIAL E MÉTODOS

Preparo das amostras. A preparação do material para o experimento foi feita no Laboratório de Pós-Colheita da Faculdade de Engenharia Agrícola da Unicamp.

Uma regra adotada pela indústria recomenda que os ingredientes a serem extrusados sofram redução de partículas à pelo menos 1/3 do diâmetro do orifício da matriz (RIAZ, 2000). A matriz com menor diâmetro interno utilizado neste experimento mediu 3,8 mm, e orientou a decisão para a finura de moagem. Duzentos quilos de grãos de milho e soja foram misturados na proporção 70:30 (massa) e moídos em moinho tipo martelo, em peneira de 1,5 mm de abertura. O diâmetro geométrico médio da mistura milho e soja utilizada como veículo foi de $542,39 \pm 24,84 \mu m$, determinado pelo método ANSI/ASAE S319.3 (ASAE, 2004). A composição centesimal das amostras foi determinada segundo método AOAC (1984).

Na indústria de alimentos para animais, a umidade final da massa a ser extrusada aproxima-se de 25%, somando a umidade natural dos ingredientes, o pré-condicionamento a vapor e a inclusão de água na máquina extrusora (HARPER, 1992). Fabricantes de máquinas extrusoras recomendam que o conteúdo de umidade na massa variando de 25 a 30% resulta em maior eficiência produtiva e qualidade final do extrusado para animais de corte (WENGER, 2001). Neste experimento, o material foi hidratado com 20% de água, e acondicionado a vácuo em sacos plásticos de 20 kg, permanecendo em repouso à temperatura ambiente durante 12 h para distribuição uniforme da umidade na massa. A umidade final foi de $30,16 \pm 0,05\%$ (média \pm erro padrão), determinada pelo método gravimétrico após secagem em estufa de ar forçado por 24h a 105 °C.

Para estimativa da distribuição do tempo de residência na extrusora, um indicador colorido à base de ftalocianina (marca Xadrez, Sherwim-Williams, Brasil) foi preparado. Várias amostras contendo a mistura de 100 mg de ftalocianina e 100 mg da mistura milho-soja foram acondicionadas em pequenos sacos plásticos individuais e mantidas sob refrigeração a 5 °C até o momento dos experimentos.

Ensaio de extrusão. Os ensaios de extrusão foram realizados no Laboratório de Extrusão da Embrapa Agroindústria de Alimentos, no Rio de Janeiro. Utilizou-se uma extrusora monorosca Brabender 19/20 DN (Duisburg, Alemanha) com controle de temperatura em três zonas ao longo do cilindro, sensor de pressão imediatamente anterior à parede interna da matriz, rosca de alimentação e rosca principal com controle de velocidade. O cilindro apresenta diâmetro interno de 20 mm, com ranhuras longitudinais internas por toda sua extensão, e a relação entre comprimento e diâmetro de 20:1. Um cilindro menor, de 70,6 mm de comprimento e 10 mm de diâmetro interno, foi rosqueado ao cilindro principal da extrusora, e serviu como suporte à terceira resistência elétrica de aquecimento, ao sensor de pressão e à matriz (Figura 2). O sensor de pressão foi rosqueado à parede do cilindro menor, de forma a permanecer em contato com a massa extrusada para registro da pressão estática.

As roscas utilizadas nos experimentos foram identificadas como números 1 e 2. Para efeitos de descrição, a extensão da rosca foi arbitrariamente dividida em três partes iguais, denominadas de zonas de alimentação, de compactação e reológica, no sentido do escoamento do material em direção à matriz. Suas dimensões são apresentadas na Tabela 1.

As matrizes utilizadas foram denominadas A e B, e apresentaram um orifício de 3,8 mm e 4,9 mm de diâmetro, respectivamente, e 23,1 mm de comprimento (Figura 3).

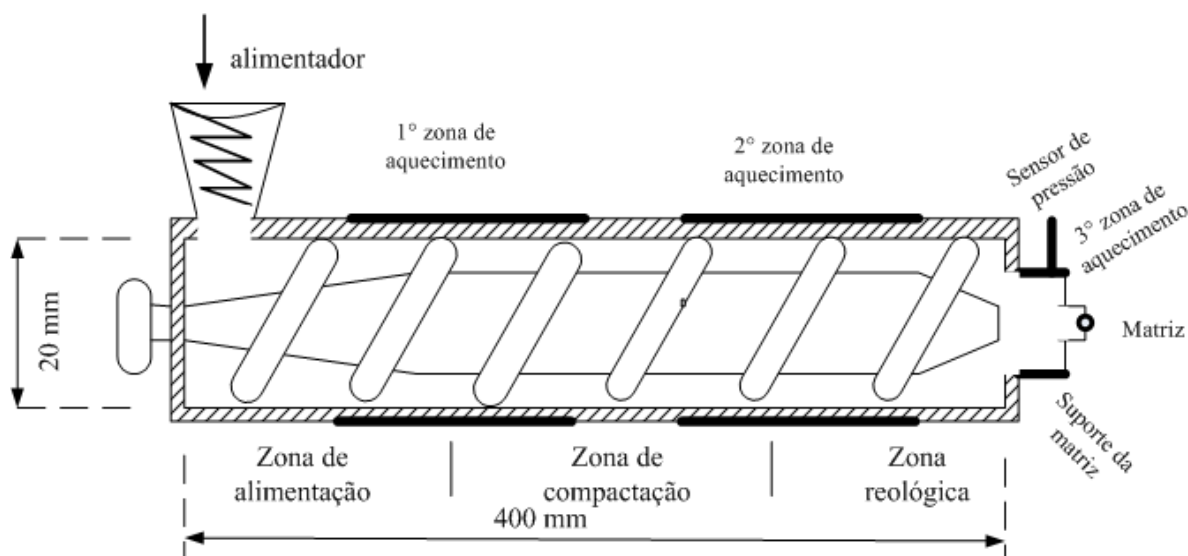


Figura 2. Ilustração esquemática da extrusora monorosca utilizada no experimento

Tabela 1. Dimensões das roscas utilizadas

Característica	Rosca 1	Rosca 2
Espessura da hélice (mm)	3,8	3,8
Diâmetro do eixo (mm)		
Zona de alimentação	11,7	12,2
Zona de compactação	11,7	13,9
Zona reológica	11,7	16,1
Ângulo da hélice (graus)	55	55
Passo da hélice (mm)	21,3	21,3
Diâmetro da hélice (mm)	19,0	18,8
Taxa de compressão	1:1	3:1

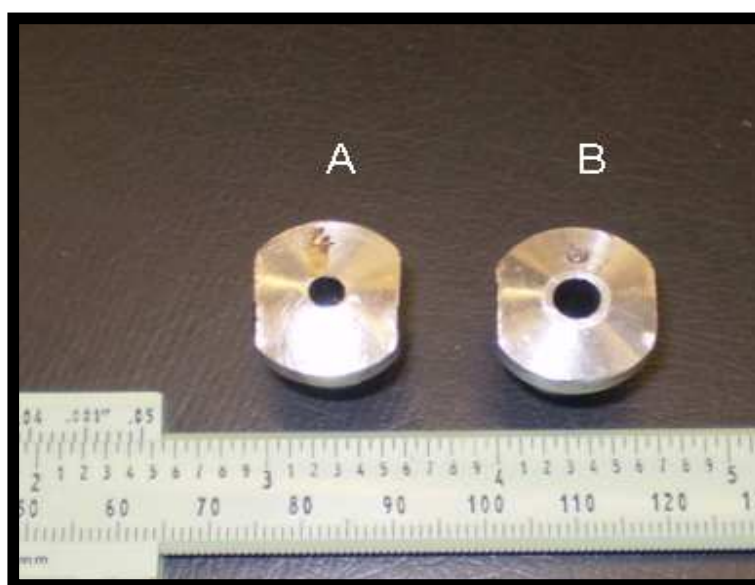


Figura 3. Matrizes A e B utilizadas no experimento

O ensaio consistiu em submeter as amostras à diferentes configurações de operação da extrusora. Foram realizados oito tratamentos, T1 a T8, em delineamento completamente casualizado, em esquema fatorial 2^3 , sendo as variáveis independentes 2 tipos de roscas, 2

matrizes e 2 temperaturas na terceira zona de aquecimento. Para estes tratamentos, a velocidade da rosca da extrusora foi mantida constante em 65 rpm.

De acordo com a equação 4, a taxa de cisalhamento aparente nominal varia com a configuração ou a velocidade de rotação da rosca. Para avaliar o efeito da variação da taxa de cisalhamento pelo aumento da velocidade de rotação da rosca, um novo tratamento foi realizado, e T9 seguiu as mesmas configurações de T3, exceto pela velocidade da rosca da extrusora, que foi de 150 rpm. (Tabela 2). A velocidade da rosca alimentadora foi de 25 rpm e constante para todos os tratamentos, o que resultou em vazão de $2.714,0 \pm 194,9$ g de massa por hora.

Baseado na equação 4, a taxa de cisalhamento aparente nominal estimada para a rosca 1 e 2 na velocidade de 65 rpm foi estimada em 492,1 e 1.047 s^{-1} (Tratamentos 1 a 8), e para a rosca 2 com velocidade de 150 rpm, em $2.416,6 \text{ s}^{-1}$ (Tratamento 9).

Tabela 2. Composição dos tratamentos

Tratamento	Rosca	Matriz	Temperatura	Veloc. rotação da rosca	Tx Cis Nom
T1	2	B	80	65	1.047,0
T2	2	B	140	65	1.047,0
T3	2	A	80	65	1.047,0
T4	2	A	140	65	1.047,0
T5	1	B	80	65	492,1
T6	1	B	140	65	492,1
T7	1	A	80	65	492,1
T8	1	A	140	65	492,1
T9	2	A	80	150	2.416,6

Tx Cis Nom - Taxa de cisalhamento nominal da rosca

A extrusora foi ligada e ajustada para a velocidade do ensaio. Em seguida, o helicóide alimentador foi ligado e ajustado para operar a 25 rpm. Os controles de temperatura da primeira e segunda zonas de aquecimento foram ajustados para manter a temperatura constante à 80 °C, e o da terceira zona foi ajustado para a temperatura do ensaio (80 ou 140°C). A coleta de dados se iniciou após se atingir o regime de operação, que foi reconhecido pela estabilização da temperatura ($\pm 1^\circ\text{C}$), da pressão ($\pm 5\%$) e vazão do

extrusado (constância da vazão, visualmente). A rotina experimental foi comum para todos os tratamentos.

Determinação da vazão e distribuição do tempo de residência. Durante o processo de extrusão, o calor é uma das causas da transformação dos alimentos, e o tempo de exposição das amostras ao calor é importante. A vazão média constitui um indicador indireto da retenção do material no cilindro extrusor. A vazão em cada tratamento foi determinada, em triplicata, pela coleta de uma quantidade de amostra extrusada no período de 60 s, com a máquina operando em regime. Esta amostra, colhida em saco plástico à saída da matriz para minimizar a perda de massa por evaporação, foi imediatamente pesada.

A distribuição do tempo de residência foi estimada pela avaliação da distribuição do indicador à base de ftalocianina previamente preparado. Com a máquina em regime, o recipiente do alimentador foi esvaziado e 100 mg do indicador colocado no fim da rosca alimentadora, de modo a entrar imediatamente na zona de alimentação. Um cronômetro era acionado e o recipiente do alimentador novamente completado com amostra sem colorante. Amostras do extrusado foram coletadas na saída da matriz em intervalos de 10 s. A seguir, estas foram secas em estufa de ar forçado a 50°C por 12 h, e moídas em moinho de disco (Perten Instruments, Huddinge, Suíça).

A cor das amostras foi analisada em colorímetro (MiniScan XE Plus, HunterLab, EUA) pela escala CIELab, e os valores *a* (escala vermelho-verde) e *b* (escala amarelo-azul) registradas. A intensidade (*C*) da cor de ftalocianina (azul) foi determinada como:

$$C_i = \left| \frac{a}{b} \right| \quad (5)$$

Assumindo que a relação entre a concentração de ftalocianina e a coloração azul nas amostras foram diretamente proporcionais, a distribuição do tempo de residência do indicador foi descrito pela seguinte função:

$$E(t) \cong \frac{C_i}{\sum_{i=0}^{\infty} C_i \Delta t} \quad (6)$$

A quantidade acumulada de indicador coletado foi representada pela função:

$$F(t) \cong \frac{\sum_{i=0}^t C_i \Delta t}{\sum_{i=0}^{\infty} C_i \Delta t} \quad (7)$$

Determinação do índice de expansão e grau de cozimento das amostras. O índice de expansão do extrusado é um indicador indireto de sua característica reológica, que pode ser alterada durante o processo pelo efeito térmico ou mecânico. O aumento da expansão radial indica prevalência da resposta elástica da massa quando submetida à tensão, enquanto o aumento da expansão longitudinal indica a prevalência da resposta viscosa, sendo que tais índices são inversamente proporcionais (CARVALHO, 2007).

Em cada tratamento, coletou-se 500 g de amostra para determinação da expansão e cozimento dos extrusados. As amostras foram secas em estufa de ar forçado, a 50°C por 12 h, e após a coleta de dados para os índices de expansão, foram moídas em moinho de disco.

Os índices de expansão radial (IER) e expansão longitudinal (IEL) foram determinados de acordo com a metodologia descrita por Alvarez-Martinez et al. (1988), e calculados pelas seguintes equações:

$$IER = \left(\frac{D}{D_0} \right)^2 \quad (8)$$

$$IEL = \left(\frac{\rho_d}{\rho_e} \right) \left(\frac{1}{IER} \right) \left(\frac{1 - M_d}{1 - M_e} \right) \quad (9)$$

$$\rho_e = \frac{4m}{\pi D^2 L} \quad (10)$$

onde D é o diâmetro do extrusado ao atingir a temperatura ambiente, D₀ é o diâmetro da matriz (radial), ρ_e é a densidade do extrusado, ρ_d é a densidade da massa antes da saída da matriz (kg/m³), M_d representa a umidade da massa dentro do extrusor (base úmida), M_e a umidade do extrusado, m a massa do extrusado e L o comprimento do extrusado. ρ_d de 1400 kg/ m³ foi a densidade real da mistura milho-soja moída, previamente determinada pelo método de Arquimedes (MOHSENIN, 1986).

O grau de cozimento refere-se à conversão do amido contido nas amostras, que inclui

a perda de sua cristalinidade, seguido da perda da integridade dos grânulos e despolimerização dos polissacarídeos (Mitchell et al., 1997; Farhat et al., 1999 citados por CARVALHO, 2007). Neste ensaio, o grau de cozimento das amostras foi avaliado pela determinação dos índices de solubilidade e absorção de água (ISA e IAA), viscosidade da pasta no determinador rápido de viscosidade (RVA, Newport Scientific, Australia) e análise térmica pela técnica da calorimetria diferencial de varredura (DSC modelo Q200, TA Instruments, New Castle, EUA).

Os índices de solubilidade em água (ISA) e de absorção de água (IAA) das amostras foram determinados de acordo com o método proposto por Anderson et al. (1969) modificado. Frações da amostra moída, recuperadas entre as peneiras de 212 e 106 µm de abertura foram utilizadas no ensaio. Em um tubo de centrífuga, previamente tarado, foram colocados aproximadamente 2,5 g de amostra e 30 mL de água. Os tubos foram agitados por 30 min em agitador mecânico e, em seguida, centrifugados a 3.000 rpm por 10 min. Do líquido sobrenadante, 10 mL foram transferidos para cadinho de porcelana previamente tarado e submetido à secagem em estufa a 105 °C por 24h. O material remanescente foi pesado e o IAA calculado conforme a equação:

$$IAA = \left(\frac{PRC}{PA - PRE} \right) \quad (11)$$

onde: IAA é o índice de absorção de água (g gel/g amostra), PRC – peso do resíduo de centrifugação (g), PA – peso da amostra (g, base seca), PRE – peso do resíduo de evaporação (g).

O ISA foi calculado pela relação entre o peso do resíduo da evaporação e o peso seco da amostra, conforme a equação:

$$ISA = \left(\frac{PRE}{PA} \right) \cdot 100 \quad (12)$$

onde ISA é o índice de solubilidade em água (%).

Para determinação da curva de viscosidade pelo RVA, as amostras previamente secas em estufa de ar forçado a 50°C por 12 h tiveram sua umidade determinada, e em seguida foram moídas. A fração recuperada entre peneiras de 212 e 106 µm de abertura foi utilizada para as determinações. O peso da amostra e o volume de água utilizado foram corrigidos para umidade base de 14%. O perfil de teste selecionado previu a duração total de teste em 20 min, com temperaturas inicial e final em 25°C, e temperatura máxima de 95°C. As taxas de

incremento e decréscimo de temperatura foram de 14 °C.min⁻¹.

A análise térmica das amostras pelo DSC utilizou ao redor de 5 mg de amostra seca, sendo acrescidas 2 partes de água. A amostra referência constituiu-se de um cadinho vazio. As amostras foram analisadas na faixa de temperatura que variou de 5 a 110 °C, com taxa de aquecimento de 10°C/min. Os seguintes parâmetros foram obtidos diretamente pelo programa do equipamento: temperatura para início da transição térmica (To), temperatura de pico (Tp), e entalpia da transição térmica (ΔH)

Análise dos resultados. Os dados experimentais foram analisados pelo procedimento General Linear Model (GLM) do software Minitab versão 14.1. A verificação da normalidade da distribuição dos dados foi feita utilizando-se o teste Kolmogorov-Smirnov (LILLIEFORE, 1967).

As variáveis independentes dentro do esquema fatorial foram analisadas segundo o seguinte modelo:

$$Y_{ijk} = \mu + R_i + M_j + T_k + RM_{ij} + RT_{ik} + MT_{jk} + e_{ijk} \quad (13)$$

onde: Y_{ijk} é a resposta observada; μ é a média geral da característica observada; R_i é o efeito da rosca, $i = 1$ ou 2 ; M_j é o efeito associado à matriz, $j = 1$ ou 2 ; T_k é o efeito associado à temperatura, $k = 1$ ou 2 ; RM_{ij} é o efeito de interação entre as variáveis rosca e matriz; RT_{ik} é o efeito de interação entre as variáveis rosca e temperatura; MT_{jk} é o efeito de interação entre as variáveis matriz e temperatura; e_{ijk} é o erro aleatório associado a cada observação. Os tratamentos T3 e T9 foram comparados pelo procedimento GLM e contraste de médias pelo teste Tukey.

As hipóteses de nulidade foram rejeitadas quando o nível de significância foi menor que 5% ($P < 0,05$). Os dados foram apresentados como média das observações seguidas de seu erro padrão.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Composição centesimal da amostra. Os teores de cinzas, extrato etéreo e proteína bruta, fibra solúvel em detergente neutro (FDN), fibra solúvel em detergente ácido (FDA) e amido, com base na matéria-seca, foram 2,66±0,05; 7,61±0,04; 19,7±0,4; 11,64±0,15;

5,08±0,20 e 74,38±0,11% respectivamente. Estes dados estão de acordo com os valores calculados para a mistura de grãos de milho e soja a partir de dados obtidos em tabelas de composição de alimentos (SAUVANT et al., 2002; ROSTAGNO, 2005). Exceto pelo valor menor para cinzas, esta composição centesimal aproxima-se de uma ração para animais de corte.

Apresentação da análise estatística dos dados. Na Tabela 3 são apresentados os níveis de significância (P) para efeitos principais e de interação das variáveis independentes sobre os parâmetros avaliados, a probabilidade de falta de ajuste do modelo, os coeficientes de determinação (R^2) e significância da normalidade dos resíduos em função do ajuste dos dados ao modelo estatístico. Os valores de significância representados por 0,000 representam valores menores que 0,0005.

A Tabela 4 apresenta as médias para as variáveis dependentes em função dos efeitos principais das variáveis independentes livres de interações. A Tabela 5 apresenta as médias de efeitos simples para as variáveis dependentes que apresentaram efeito de interação significativa entre as variáveis independentes. A Tabela 6 apresenta as médias de efeitos simples para as variáveis dependentes que apresentaram mais de uma interação significativa entre as variáveis independentes.

Resultados da pressão, vazão e distribuição do tempo de residência. Na Tabela 3, observa-se que a pressão estática foi influenciada pela interação das influências do diâmetro interno da matriz e temperatura na terceira zona. A combinação de matriz A e temperatura de 80° C resultou em maior pressão estática sobre a massa, seguida da combinação de matriz B e temperatura de 80° C, com nível de pressão estática intermediária, e as combinações de matriz A e B com temperatura de 140° C, que resultaram nas pressões estáticas mais baixas (Tabela 5).

Os dados da Tabela 4 indicam que a vazão foi menor com o aumento da temperatura na terceira zona, e parece estar relacionada à menor pressão estática, que provoca menor deslocamento da massa. Observou-se efeito de interação entre rosca e matriz sobre a vazão (Tabelas 3 e 5), sendo que esta foi menor para a combinação da rosca 2 com a matriz B. A variação dos dados de vazão para esta configuração foi particularmente elevada (Tabela 5),

Tabela 3. Análise de variância dos tratamentos T1 a T8, componentes do esquema fatorial

	Pressão	t min res	t max res	Vazão	IER	IEL	IAA	ISA	QV	TR	(ΔH)
Nível de Significância P											
<u>Efeitos principais</u>											
Rosca	0,326	0,001	0,143	0,003	0,141	0,172	0,002	0,172	0,000	0,001	0,466
Matriz	0,000	0,011	0,212	0,346	0,017	0,000	0,789	0,002	0,466	0,234	0,073
Temperatura	0,000	0,054	0,127	0,045	0,020	0,000	0,000	0,665	0,000	0,000	0,000
<u>Interação</u>											
Rosca*matriz	0,487	0,039	0,000	0,007	0,616	0,050	0,714	0,010	0,024	0,965	0,515
Rosca*temperatura	0,766	0,991	0,548	0,289	0,530	0,142	0,037	0,018	0,000	0,000	0,040
Matriz*temperatura	0,003	0,030	0,009	0,210	0,272	0,121	0,070	0,655	0,035	0,251	0,460
Falta de ajuste	0,271	0,264	0,536	0,677	0,225	0,156	0,953	0,119	0,398	0,660	0,315
R ² , %	92,16	69,12	69,91	65,44	62,41	88,49	85,66	68,37	81,80	93,52	68,69
Normalidade dos resíduos	>0,15	0,14	0,11	0,07	>0,15	>0,05	>0,15	>0,15	>0,15	>0,15	>0,15

t min res, t max res - tempos mínimo e máximo de residência, respectivamente; IER - índice de expansão radial; IEL - índice de expansão longitudinal; IAA - índice de absorção de água; ISA - índice de solubilidade em água; TP, QV e TR são os parâmetros tempo para pico, quebra de viscosidade e tendência à retrogradação, respectivamente, obtidas da curva do analisador rápido de viscosidade (RVA), ΔH representa a entalpia da transição térmica determinada para conversão do amido.

Tabela 4. Médias estimadas dos efeitos principais para as variáveis que não sofreram efeitos de interação nos tratamentos T1 a T8,

Variável	Nível	IER	IEL	Vazão kg/h
Rosca	1	0,92±0,02A	1,20±0,02A	
	2	0,89±0,02A	1,24±0,02A	
Matriz	A	0,94±0,01a	1,16±0,02a	
	B	0,88±0,02b	1,30±0,02b	
Temperatura °C	80	0,93±0,01x	1,12±0,02x	1,30±0,07x
	140	0,88±0,02y	1,33±0,02y	1,10±0,07y

Média ± erro padrão; IER, IEL - índice de expansão radial e longitudinal, respectivamente .

Letras diferentes indicam médias estatisticamente diferentes (P<0,05); AB - contrastes dentro da variável Rosca; ab- contrastes dentro da variável Matriz; xy - contrastes dentro da variável Temperatura.

Tabela 5. Médias dos efeitos simples para as variáveis com apenas uma interação significativa nos tratamentos T1 a T8

Interação rosca e temperatura			Interação matriz e temperatura			Interação rosca e matriz		
IAA, g gel/g			Pressão, kPa			Vazão, kg/h		
80 °C 140 °C			80 °C 140 °C			M A M B		
R 1	2,90±0,08c	3,69±0,08a	M A	2.272±61a	1.318±61c	R 1	1,27±0,09a	1,47±0,09a
R 2	3,40±0,08b	3,82±0,09a	M B	1.607±67b	1.120±61c	R 2	1,23±0,09a	0,84±0,11b
TR, cP								
80 °C 140 °C								
R 1	86,33±1,85a	34,83±1,85c						
R 2	72,25±1,85b	35,58±1,85c						
ΔH, J/g								
80 °C 140 °C								
R 1	3,51±0,41a	0,58±0,41c						
R 2	2,01±0,41b	0,92±0,41c						

Média ± erro padrão; R - rosca, M - matriz; IAA - Índice de absorção de água. TR representa a tendência à retrogradação, obtida a partir da curva do analisador rápido de viscosidade (RVA), ΔH - representa a entalpia da transição térmica da gelatinização do amido. Letras diferentes indicam médias estatisticamente diferentes para todos os contrastes dentro da mesma variável, Tukey (P<0,05)

confirmando um escoamento inconstante, como observado durante o experimento. Os dados de pressão estática, e tempos mínimos e máximos de residência (Tabela 6), indicam que a hipótese de escoamento variável para este tratamento é razoável. Isto pode ser explicado pela necessidade de acúmulo de massa na zona de alimentação da rosca 2 até o limiar de pressão capaz de carrear-

lo à zona reológica, onde encontra menor resistência da matriz B e escoo rapidamente (MILLER e MULVANEY, 2000).

Estes resultados indicaram que a pressão pôde ser manipulada razoavelmente, e sua resposta é dependente da configuração da matriz e característica reológica do material, neste caso, ditada pela temperatura.

A Figura 4 apresenta a curva típica de recuperação cumulativa do corante indicador utilizado para determinação da distribuição do tempo de residência da massa no extrusor.

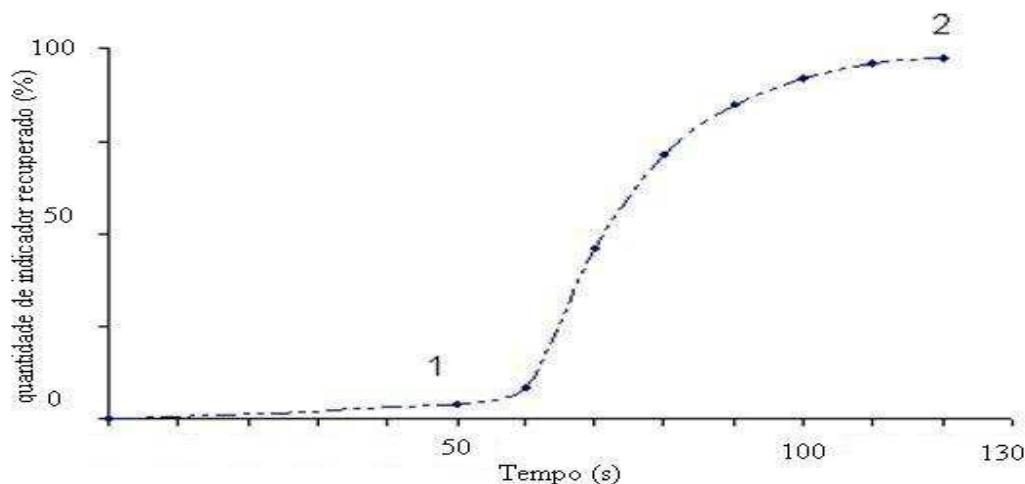


Figura 4 . Curva de recuperação do indicador para determinação da distribuição do tempo de residência no extrusor, obtida de uma repetição de T1. 1 - tempo mínimo de residência; 2 - tempo máximo de residência.

Os tempos mínimos e máximos de residência sofreram efeitos da interação entre rosca e matriz, e matriz e temperatura. Na Tabela 6 se observa uma tendência de maiores tempos mínimos e máximos de residência com rosca 2, matriz A e temperatura de 80 °C. Extrusoras industriais contam com configurações de rosca específicas para determinados objetivos tais como: mistura, moagem, variação do tempo de residência ou da pressão (TERRA, 2007). A configuração das roscas utilizadas neste experimento foi simples (Figura 2), sem quebradores, alteradores de fluxo, ou hélices interrompidas. Espera-se que a mistura e diluição de componentes da massa tenha ocorrido pelo refluxo de material através dos espaços entre o cilindro e a hélice devido ao aumento de pressão, e na zona de alimentação, onde a massa permanece por algum tempo até que seu acúmulo provoque aumento da pressão e a conduza às seções seguintes, explicando a amplitude entre os tempos mínimo e máximo de residência (Figura 4).

Tabela 6. Médias dos efeitos simples para variáveis dependentes com mais de uma interação significativa entre as variáveis independentes nos tratamentos T1 a T8

		Tempo Mínimo Residência, s				ISA, %			
		Matriz A		Matriz B		Matriz A		Matriz B	
		80 °C	140 °C	80 °C	140 °C	80 °C	140 °C	80 °C	140 °C
R1		85,67±5,21abc	58,00±2,00c	66,33±3,18bc	72,67±6,36bc	R1	2,47±0,31b	3,46±0,13ab	4,65±0,13a
R2		110,0±10,00a	94,67±7,42ab	80,00±7,64abc	76,67±7,26abc	R2	3,84±0,31ab	2,85±0,18b	3,81±0,26ab
		Tempo Máximo Residência, s				Quebra de viscosidade, cP			
		Matriz A		Matriz B		Matriz A		Matriz B	
		80 °C	140 °C	80 °C	140 °C	80 °C	140 °C	80 °C	140 °C
R1		165,70±6,31abc	138,00±7,72c	166,33±6,31bc	172,67±6,31abc	R1	12,50±1,32b	10,33±0,56b	9,20±0,86b
R2		190,0±7,73a	174,67±6,30ab	150,00±6,30c	156,70±6,31bc	R2	22,50±3,07a	11,50±0,76b	24,17±1,45a

Média ± erro padrão; ISA - Índice de solubilidade em água; R - rosca; Letras diferentes indicam médias estatisticamente diferentes na mesma variável dependente (Tukey, P<0,05)

Estes resultados demonstram que, durante a extrusão, porções da amostra são expostas aos fenômenos térmico e mecânico por tempos distintos, e os efeitos de tais fenômenos mensurados sobre a massa pode ser variável, dependendo de tal tempo de retenção.

Índice de expansão e grau de cozimento das amostras. Os dados de IER, na Tabela 4, indicam que houve redução do diâmetro do pelete em relação ao diâmetro da matriz, caracterizando ausência de expansão radial.

Tal fenômeno é esperado para materiais com as características similares ao utilizado neste experimento. De acordo com Launay (1983) e Lisch (1984) citados por Ascheri (2007a), as expansões radiais e longitudinais são relacionados à predominância da elasticidade e da viscosidade da massa fundida, respectivamente. A mistura de milho e soja utilizada neste experimento apresentou percentual de umidade e óleo de 30,2 e 5,3% (base úmida), respectivamente. Este conteúdo de água e óleo favorece a maior expressão da resposta viscosa em detrimento da resposta elástica do material submetido à tensão.

Ascheri (2007a) afirma que o limite mínimo de amido para observação da expansão radial é de 60 a 70%, que é um valor acima do obtido para a mistura usada neste experimento, que foi estimado em 35,18 % (bu), baseado em valor tabelado (ROSTAGNO et al., 2005). Este mesmo autor indica que a expansão radial decresce rapidamente em materiais contendo níveis de lipídeo acima de 5% (ASCHERI, 2007b). Outros autores observaram a redução da expansão dos extrusados quando da adição de óleo (BATHNAGAR e HANNA, 1994b; SOARES Jr et al., 1999). Camire (2000) cita que os conteúdos de água, fibra, proteína e lipídeo na massa são inversamente proporcionais à expansão radial.

Contudo, os dados apresentados na Tabela 4 indicam que os índices de expansão radial e longitudinal foram diferentes entre os tratamentos, e influenciados pelos efeitos principais da matriz e da temperatura, indicando que estes foram suficientes para resultar em alteração da característica reológica da massa.

À temperatura ambiente, o amido extrusado absorve água rapidamente e forma uma pasta. O IAA aumenta com o aumento do amido danificado pelo processo (ASCHERI, 2007a). Neste experimento, o IAA indicou maior dano à estrutura cristalina do amido na combinação de roscas 1 e 2 com a temperatura de 140 °C. O menor dano foi observado no tratamento com combinação de rosca 1 e temperatura de 80 °C (Tabela 5).

O ISA está relacionado com a quantidade de moléculas de baixo peso molecular solúveis na amostra e indica o grau de conversão do amido em moléculas pequenas e dissociadas da matriz polimérica (SRIBURI et al., 1999). Neste ensaio, ISA foi influenciado pela interação das variáveis rosca e matriz, e rosca e temperatura. No entanto, os dados obtidos não seguiram um padrão esperado e requerem interpretação. Os dados da Tabela 6 indicam que o ISA foi menor para as combinações de matriz *A*-temperatura 80°C-rosca 1, e matriz *A*-temperatura 140°C-rosca 2. ISA foi maior para as combinações de matriz *B*-temperatura 80°C-rosca 1 e matriz *B*-temperatura 140°C-rosca 1. As demais combinações resultaram em ISA intermediários e iguais entre si. Esta variável apresentou efeito de interação dupla entre rosca e matriz, e rosca e temperatura, o que pode ser uma das explicações para resultados sem tendência clara. Outra provável explicação para tal comportamento seja a hipótese de ocorrência de complexo amido-lipídeo, que interferiu nas leituras de ISA. As amostras deste experimento apresentaram extrato etéreo total de 5,3%. Já foi observado que a complexação amido-lipídeo é mormente influenciada pela temperatura de operação da extrusora, e os níveis mais altos de complexação ocorrem entre 110 e 140 °C (BHATNAGAR e HANNA, 1994b). Outros autores observaram a redução do índice de solubilidade em decorrência deste fenômeno, sem afetar a resposta para IAA (BHATNAGAR e HANNA, 1994a; BHATNAGAR e HANNA, 1994b; SOARES Jr et al., 1999).

A Figura 5 apresenta uma das curvas obtidas no analisador rápido de viscosidade (RVA) para cada amostra, de onde se obteve a quebra de viscosidade (QV) e tendência à retrogradação (TR), definidas como a diferença entre a viscosidade do pico e a menor viscosidade aos 95 °C, e a diferença entre a viscosidade final e a menor viscosidade aos 95°C, respectivamente.

A quebra de viscosidade indica a resistência dos grânulos inchados à agitação mecânica. A tendência à retrogradação indica o aumento da viscosidade com o resfriamento da pasta, e está relacionada à quantidade de solúveis gerados durante a gelatinização, particularmente com o teor de amilose (CARVALHO, 2007). Espera-se a diminuição da primeira e aumento da segunda com o aumento do cozimento do amido e aumento de solúveis, respectivamente.

De acordo com os dados apresentados na Tabela 6, a quebra de viscosidade (QV) sofreu influencia da interação dupla de todas as variáveis entre si. QV foi maior para as combinações rosca 1 e temperatura de 80 °C, matriz *A* e temperatura de 80 °C e rosca 2 e matriz *B*.

A tendência à retrogradação (TR) apresentou efeito de interação para rosca e temperatura, sendo que a combinação rosca 2 - temperatura de 80 °C resultou em maior valor de TR (Tabela 5).

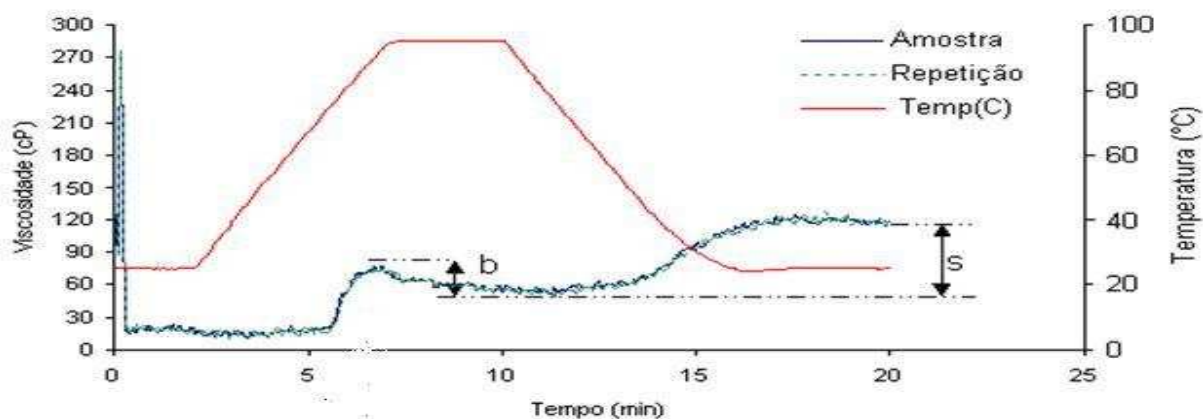


Figura 5. Curva de viscosidade obtida no Analisador Rápido de Viscosidade; b - Quebra de viscosidade (RVA QV), cP; S - Tendência à retrogradação (RVA TR), cP.

O comparativo dos resultados de TR contra IAA para o efeito de interação entre rosca e temperatura (Tabela 5) indica certa contradição. IAA mais elevado indica maior cozimento do amido, e esperava-se que TR seguisse o mesmo padrão, à medida que o cozimento avança para dextrinização. Esta aparente contradição pode ser mais um indicativo do fenômeno de complexação amido-lipídeo. Bhatnagar e Hanna (1994a) demonstraram que a formação de complexo amido-lipídeo reduz os carboidratos solúveis em amidos extrusados, e atribuíram esta observação à insolubilidade do complexo formado. Os dados de ISA e TR no presente trabalho estão de acordo com esta hipótese.

Por meio da análise de calorimetria diferencial de varredura, são detectados fluxos de calor à medida que se aumenta a temperatura da amostra. A faixa de temperatura de gelatinização do amido de composição encontrada no milho varia de 62 a 72 °C (CARVALHO, 2007). Como esperado, não se observou diferença para a temperatura de início e fim da transição térmica referente à gelatinização do amido (Dados no anexo).

Porém, a entalpia desta transição foi influenciada pela temperatura do processo e interação entre temperatura e rosca (Tabelas 3 e 5). Como esperado, a entalpia foi maior para as amostras submetidas aos tratamentos com menor temperatura de processo, indicando menor transformação do amido durante a extrusão.

Por volta dos 100°C, também se observou um pico endotérmico nos tratamentos à 140°C, que pode ser indicativo da complexação amido-lipídeo (DEPIERI, 2004), já indicados pelos resultados de ISA.

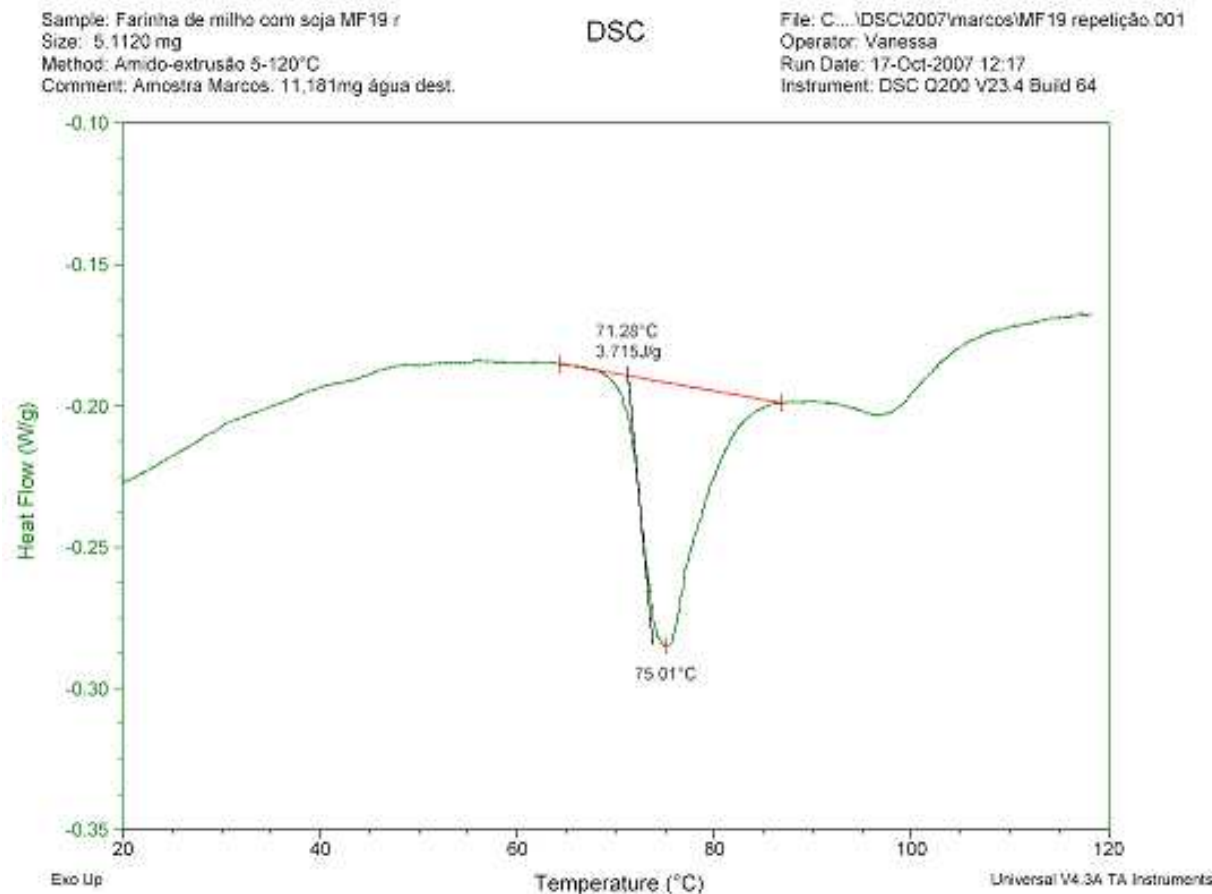


Figura 6. Curva de variação da entalpia da amostra submetida ao calorímetro diferencial de varredura, DSC

A mistura utilizada neste experimento apresentou 19,7 % de proteína (base seca), e espera-se a observação de picos endotérmicos indicativos da desnaturação das frações protéicas. Kitanabake e Doi (1992) observaram que a temperatura de início do fluxo endotérmico indicativo da desnaturação da proteína de soja varia dependendo da umidade da amostra. Para amostras com 30% de umidade, observou-se a ocorrência do pico por volta de 160°C no DSC, que, apesar

de não ter sido estudado neste experimento, não pode ser confundido com aquele pico endotérmico indicativo da complexação amido-lipídeo mencionado acima.

Os resultados de ISA, IAA, RVA e DSC indicaram que as configurações da rosca e o calor alteraram o grau de cozimento do amido nas amostras.

Variação da velocidade de rotação da rosca. A Tabela 7 apresenta as médias das variáveis dependentes para os tratamentos T3 e T9. A configuração para estes tratamentos é idêntica, exceto pela velocidade de rotação da rosca. Com base na equação 4, o aumento da taxa de cisalhamento nominal está diretamente relacionado ao aumento da velocidade de rotação da rosca.

Exceto pelo tempo mínimo de residência e pela tendência à retrogradação, que foram menores para T9, as demais variáveis dependentes não diferiram entre T3 e T9 ($P>0,05$). Neste ensaio, IER, IEL, ISA, IAA e QV indicaram que não houve alteração da característica reológica ou cozimento das amostras em função da velocidade de rotação da rosca. Este comportamento pode estar relacionada a não alteração do volume de material submetido ao gradiente de velocidade de escoamento quando do aumento da velocidade da rosca.

Gopalakrishna e Jaluria (1992) simularam o perfil do gradiente de velocidade do escoamento no canal da rosca de extrusora simples. Estes autores deduziram que a taxa de cisalhamento incide em maior percentual da massa à medida que a taxa de compressão da rosca aumenta. Sabe-se que o histórico de tratamento térmico e mecânico influenciam a viscosidade aparente final do produto extrusado, porém não afetam significativamente o comportamento do escoamento (SENOUCI e SMITH, 1998; KOKINI et al., 1992). Assim, é possível a extrapolação do índice n obtido no reômetro para o estudo do escoamento da massa na extrusora.

Os dados obtidos na Seção 2 indicam que uma porção de um fluido pseudo-plástico sob escoamento viscométrico não está submetida ao gradiente de velocidade, e o volume desta porção varia de acordo com o comportamento do escoamento indicado pelo índice n , para um fluido regido pela Lei da Potência. Assim, podemos cogitar que, em virtude da maior taxa de compressão da rosca 2, o percentual de massa submetido ao gradiente de velocidade de escoamento é maior quando comparado à rosca 1, que apresenta hélices mais altas, e carrega maior volume relativo de amostra na zona de cisalhamento (Figura 7).

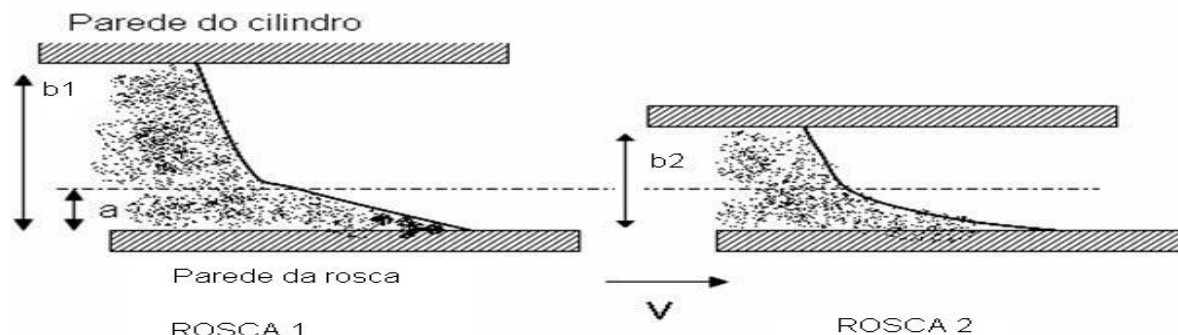


Figura 7. Comportamento do escoamento da massa na extrusora. a - volume da massa sob taxa de cisalhamento; b - volume total da massa no canal da rosca, b_1 - canal da rosca 1 é mais profundo que b_2 - canal da rosca 2. v - velocidade de rotação da rosca.

A resposta para ISA novamente se mostrou contraditória à tendência à retrogradação (Tabela 7), de modo similar aos tratamentos do esquema fatorial, e podem ser explicada por possível ligação amido-lipídeo.

CONCLUSÕES

As variáveis indicativas das propriedades funcionais dos extrusados se mostraram sensíveis, e variaram com as alterações de configuração de operação da extrusora adotadas neste experimento.

A pressão gerada pelo deslocamento da massa pôde ser manipulada pela configuração da matriz, porém seu controle também depende da característica reológica da massa, que sofre influência da temperatura imposta.

Calor foi o fenômeno responsável pelas maiores alterações nas variáveis de operação e propriedades funcionais das amostras.

A variação da taxa de cisalhamento aparente nominal, decorrente da alteração da taxa de compressão da rosca, resultou em maior cozimento da massa. No entanto, a variação da taxa de cisalhamento pelo aumento da rotação da rosca não resultou em diferença no cozimento, indicando que o volume de massa submetido ao gradiente de velocidade de escoamento permaneceu inalterado.

Tabela 7. Médias das variáveis dependentes para os tratamentos T3 e T9.

Trat	Pressão kPa	t min residência, s	t max residência, s	Vazão kg/h	IER	IEL	IAA g gel/g	ISA %	RVA QV, cP	RVA TR, cP
T3	2.217±62a	123,3±14,50a	203,3±14,50a	1,46±0,20a	0,95±0,01a	1,09±0,01a	3,35±0,10a	3,84±0,31a	18,83±2,51a	74,83±2,71a
T9	2.310±107a	70,00±5,77b	170,00±5,77a	1,55±0,17a	0,96±0,03a	1,02±0,02a	3,48±0,10a	3,41±0,45a	20,17±2,51a	44,83±2,71b

Média ± erro padrão; t min residência, t máx residência - tempos mínimo e máximo de residência, IER, IEL, IAA e ISA - Índices de expansão radial, expansão longitudinal, absorção de água e solubilidade em água, respectivamente. RVA TP, QV e TR são os parâmetros tempo para pico, quebra de viscosidade e tendência à retrogradação, respectivamente, obtidas da curva do analisador rápido de viscosidade (RVA). Letras diferentes indicam médias estatisticamente diferentes para contrastes na mesma variável (P<0,05).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVAREZ-MARTINEZ, L., KONDURY, K.P. e HARPER, J.M. A general model for expansion of extruded products. **Journal of Food Science**, v. 53, n. 2, p. 609-15, 1988.

ANDERSON, R.A, CONWAY, H.F, PFEIFER, V.F, GRIFFIN, E.L. Gelatinization of corn grits by roll- an extrusion-cooking. **Cereal Science Today**, v. 14, n. 1, p. 4-11, 1969.

AOAC. **Official methods of analysis**. 14 ed., Washington: ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS, DC, 1984. 1141p.

ASAE. Method of determining and expressing fineness of feed materials by sieving. ANSI/ASAE S319.3. In: **Agricultural Engineers Yearbook of Standard**. St. Joseph : ASAE, 51 ed., 2004. p.578-81.

ASCHERI, J.L.R. Princípios da produção de snaks de terceira geração por extrusão. In: **Processo de extrusão de alimentos: Aspectos tecnológicos para o desenvolvimento e produção de alimentos extrusados, para o consumo humano e animal, Apostila...**, Embrapa CTAA, Rio de Janeiro, 28 a 30 de agosto, 2007a.

ASCHERI, J.L.R. Extrusão termoplástica de amidos e produtos amiláceos. In: **Processo de extrusão de alimentos: Aspectos tecnológicos para o desenvolvimento e produção de alimentos extrusados, para o consumo humano e animal, Apostila...**, Embrapa CTAA, Rio de Janeiro, 28 a 30 de agosto, 2007b.

BHATNAGAR, S. e HANNA, M.A. Amylose-lipid complex formation during single-screw extrusion of various corn starches. **Cereal Chemistry**, v. 71, n. 6, p. 583-7, 1994a.

BHATNAGAR, S. e HANNA, M.A. Extrusion processing conditions for amylose-lipid complexing. **Cereal Chemistry**, v. 71, n. 6, p. 587-93, 1994b.

BEARMAN, T.C., GREENAMYRE, J.T., CORNER, T.R. et al. Bacterial spore heat resistance correlated with water content, wet density, and protoplast/sporoplast volume ratio. **Journal of Bacteriology**, v.150, n.2, p. 870-7, 1982.

BENITO, A., MAKEY, B, Strain differences in resistance to high pressure and mild heat in isolates of Escherichia coli O157. In: LUDWIG, H. **Advances in high pressure bioscience and biotechnology, Proceedings of the International Conference on High Pressure Bioscience and Biotechnology**, Springer: Heidelberg, 1999. p.35-38.

- BLACK, S.H. e GERHARDT, P. Permeability of bacterial spores: III. Permeation relative to germination. **Journal of Bacteriology**, v. 83, n.2, p. 301-8, 1962.
- BOUVERESSE, J.A., CERF, O, GUILBERT, S. CHEFTEL, J.C. Influence of extrusion cooking on the thermal destruction of *Bacillus stearothermophilus* spores in a starch-protein-sucrose mix. **Lebensm.-Wiss. u. -Technol**, v. 15, p. 135-38, 1982.
- BRUIN, S., VAN ZUILICHEM, D.J., STOLP, W. Extrusion of biopolymers in a single-screw extruder, **Journal of Food Processing Engineering**, n.2, p. 1-37. 1978.
- BULUT, S., WAITES, W.M., MITCHELL, J.R. Effects of combined shear and thermal forces on destruction of *Microbacterium lacticum*. **Applied Environmental Microbiology**, v.65, n.10, p.4464-69, 1999.
- CAMIRE, M.E. Chemical and nutritional changes in food during extrusion. In: RIAZ, M.N. (ed). **Extruders in Food Applications**, CRC Press: Boca Raton, 2000. p. 127-148.
- CAMPOS, F. P., DOSUALDO, G.L. e CRISTIANINI, M. Utilização de tecnologia de alta pressão no processamento de alimentos. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 6, n. 2, p. 351-7, 2003.
- CARVALHO, C.W.P. Extrusão de alimentos: do conhecimento científico à aplicação tecnológica, In: **Processo de extrusão de alimentos: Aspectos tecnológicos para o desenvolvimento e produção de alimentos extrusados, para o consumo humano e animal, Apostila...**, Embrapa CTAA, Rio de Janeiro, 28 a 30 de agosto, 2007.
- DEPIERI, M. **Desenvolvimento de pastas alimentícias instantâneas por processo de extrusão termoplástica: Influência do tipo de trigo, teor de emulsificantes e parâmetros do processo na qualidade do produto**. 2004, 133p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, 2004.
- ESSEGHIR, M. e SERNAS, V. Experiments on a single-screw extruder with a deep and highly curved screw channel. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V. (ed), **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed: Nova Iorque, 1992. p. 21- 40.
- GOLAPAKRISHNA, S. e JALURIA, Y. Modeling of starch gelatinization in a single-screw extruder. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V.(ed). **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed.: Nova Iorque, 1992. p. 3-20.

HARPER, J.M. Food extruders and their applications. In: MERCIER, C., LINKO, P., HARPER, J.M. (ed): **Extrusion Cooking**, American Association of Cereal Chemists: St Paul, 1998. p1-16.

HARPER, J.M. e TRIBELHORN, R.E. Expansion of native cereal starch extrudates. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V. (ed). **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed.:Nova Iorque, 1992. p. 653- 667.

HAYAKAWA, I., KANNO, T., TOMITA, M. et al. Aplicação de alta pressão para a inativação de esporos e desnaturação de proteínas. **Journal of Food Science**, v. 59, n. 1, p. 159-63, 1994.

HOUT, R.V.D., JONKERS, J. VLIET, V.T. et al. Influence of extrusion shear forces on the inactivation of trypsin inhibitors in soy flour. **Trans IChemE**, v. 76, c, 155-61, 1998.

KAUFFMAN, K.B.; HATCH, R.T. Shear effects on cell viability during extrusion of semi-moist foods. **Journal of Food Science**, v. 42, n. 4, p. 906-10, 1977.

KELLEY, T.R., WALKER, P.M. Bacterial concentration reduction of food waste amended animal feed using a single-screw dry-extrusion process. **Bioresource Technology**, v. 67, p. 247-53, 1999.

KELLEY, T.R., WALKER, P.M. Bacterial concentration reduction in swine waste amended livestock feed using a single-screw dry-extrusion process. **Bioresource Technology**, v. 75, p. 189-95, 2000.

KITABATAKE, N. e DOI, E. Denaturation and texturization of food protein by extrusion cooking. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V. (ed). **Food extrusion science and technology**. Marcel Dekker Ed.: Nova Iorque, 1992. p. 361-371.

KOKINI, J.F., CHANG, C.N., e LAI, L.S., The role of rheological properties on extrudate expansion, In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V., **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed., Nova Iorque, 1992. p. 631-652.

LEITÃO, M.F.F., JUNQUEIRA, V.C.A. Microbiologia Aplicada à esterilização de alimentos, In: GERMER, S.P.M. et al. **Princípios de esterilização de alimentos, manual técnico** v. 10, 2 ed., Campinas:ITAL, p. 3-22, 1995.

LIKINAMI, T.A. SOFOS, J.N. MAGA, J.A et al. Methodology to determine destruction of bacterial spores during extrusion cooking. **Journal of Food Science**, v. 55, n. 5, p. 1388-93, 1990.

LILLIEFORE, H.W. On the Kolmogorov-Smirnov Test for Normality with mean and variance unknown. **Journal of the American Statistical Association**, v. 62, p. 399-402, 1967.

MILLER, R.C; MULVANEY, S. Unit Operations and equipment: IV. Extrusion and extruders. In: FAST, R.; CALDWELL, E (ed). **Breakfast Cereals and how they are made**, 2ed., American Association of Cereal Chemists: Minnesota, 2000. p. 215-278.

MOHSENIN, N.N. **Physical properties of plant and animal materials**. 2 ed., Gordon and Breach Science: Nova Iorque, 1986. 734p.

OKELO, P.O., WAGNER, D.D., CARR, L.E. et al. Optimization of extrusion conditions for elimination of mesophilic bacteria during thermal processing of animal feed mash. **Animal Feed Science and Technology**, v. 129, p. 116-37, 2006.

ORSON, K.E., SORRELS, K.M. Thermophilic Anaerobic Sporeformers. In: VANDERZANT, C., SPLITTSTOESSER, D.F. **Compendium of methods for the microbiological examination of foods**. 3 ed., American Public Health Association: Washington, 1992. p. 245-8

PERRIER-CORNET, J.M., HAYERT, M., SAURAT, E. et al. Interaction between osmotic and hydrostatic pressure in yeast inactivation. In: LUDWIG, H. (ed). **Advances in high pressure bioscience and biotechnology, Proceedings of the International Conference on High Pressure Bioscience and Biotechnology**, Springer: Heidelberg, p.27-30, 1999.

QUÉGUINER, C., DUMAY, E., CAVALIER, C. et al. Reduction of *Streptococcus thermophilus* in a whey protein isolate by low moisture extrusion cooking without loss of functional properties. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 24, p. 601-12, 1989.

RIAZ, M.N. Introduction to extruders and their principles. In: RIAZ, M.N. (ed). **Extruders in Food Applications**, CRC Press: Boca Raton, 2000a. p. 1-24.

RIAZ, M.N. Practical considerations in extrusion processing. RIAZ, M.N. (ed). **Extruders in Food Applications**, CRC Press: Boca Raton, 2000b. p. 149-166.

RIAZ, M.N. Selección del extrusor correcto. In: GUY, R.(ed). **Extrusión de los alimentos**, Acribia: Zaragoza, 2001. p.29-50.

ROKEY, G.J. Single-screw extruders. In: RIAZ, M.N. (ed) **Extruders in Food Applications**, CRC Press: Boca Raton, 2000. p. 25-50.

SENOUCI, A. e SMITH, A.C. An experimental study of food melt rheology: I. Shear viscosity using a slit die viscometer and a capillary rheometer. **Rheologica Acta**, v.27, p. 546-54, 1998.

SOARES Jr, M.S., GROSSMANN, M.V.E, SILVA, R.S.S.F et al. Expansion and hydration properties of cassava starch extruded with emulsifier. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 2, n.1-2, p.57-61, 1999.

SRIBURI, P., HILL, S.E., BARCLAY, F. Depolymerization of cassava starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 38, n. 3, p. 211-18, 1999.

TERRA, P. Princípios teóricos e práticos na elaboração de snacks por extrusão termoplástica. **In: Processo de extrusão de alimentos: Aspectos tecnológicos para o desenvolvimento e produção de alimentos extrusados, para o consumo humano e animal, Apostila...**, Embrapa CTAA, Rio de Janeiro, 28 a 30 de agosto, 2007.

WENGER. Aquatic feeds systems. **Wenger Bulletin** AF201, 2001.

ZHENG, X., CHIANG, W.C., WANG, S.S. Effect of shear energy on size reduction of starch granules in extrusion. **Starch/Stärke**, v. 47, n.4, p. 146-51, 1995.

ZHENG, X., WANG S.S. Shear induced starch conversion during extrusion. **Journal of Food Science**, v. 59, n. 5, p. 1137-1143, 1994.

SEÇÃO 6

EFEITOS DA TEMPERATURA, PRESSÃO E TAXA DE CISALHAMENTO SOBRE A VIABILIDADE DE ESPOROS TERMODÚRICOS DURANTE A EXTRUSÃO DE ALIMENTOS PARA ANIMAIS

RESUMO: Estudos com microorganismos termo-resistentes indicam que outro fenômeno, além do calor, pode estar envolvido na redução da viabilidade microbiológica de alimentos extrusados. O objetivo deste trabalho foi determinar o efeito do calor, pressão e taxa de cisalhamento sobre a viabilidade de esporos termodúricos em ração animal submetida ao processo de extrusão. Esporos de *Bacillus stearothermophilus* foram semeados em mistura de grãos moídos de milho e soja, para contagem final de 10^6 UFC/5g e umidade de 30%, e submetidos ao processo em extrusora de rosca simples. A temperatura sobre a massa foi manipulada pelo aquecimento elétrico da parede do cilindro. A variação da pressão estática sobre a amostra foi obtida com matrizes de diâmetros internos distintos. A taxa de cisalhamento nominal foi controlada pelo uso de roscas com diferentes taxas de compressão ou pelo aumento de sua velocidade de rotação. As variáveis estudadas foram: temperatura na massa, tempos mínimo e máximo de residência, pressão estática sobre a massa e viabilidade dos esporos. A pressão estática não influenciou a viabilidade, porém temperatura e tensão cisalhante afetaram a viabilidade dos microorganismos. A variação da taxa de cisalhamento aparente nominal pela variação da rotação da rosca não influenciou a viabilidade celular. O percentual da redução da viabilidade dos microorganismos está diretamente relacionado ao volume de material submetido ao gradiente de velocidade de escoamento.

Palavras chave: extrusora, ração, microbiologia, pasteurização, processamento alimentos

**HEAT, PRESSURE AND SHEAR RATE EFFECTS ON THE VIABILITY
OF THERMODURIC SPORES UNDER FEED EXTRUSION**

ABSTRACT: Previous reports indicate that heat alone can not explain viability reduction of thermophilic spores during food extrusion, and another phenomenon might be involved. The aim of this work was to determine the effects of mass temperature, pressure and shear rate on the viability of thermophilic spores sowed into feed submitted to extrusion. *Bacillus stearothermophilus* spores were sowed into corn and soy grain mixture to a final count of 10^6 CFU/5g and moisture of 30%, and then submitted to the extrusion process in a single screw extruder. Mass temperature was controlled by electric heating of the cylinder's wall. Static pressure over the feed mass was manipulated by changing die with different inner diameters. Nominal shear rate was controlled by using screws with different compression ratios or by changing the rotational speed of screw. Dependent variables were: mass temperature, minimum and maximum residence times, static pressure over the feed mass and viability of spores. Static pressure had no effect, but temperature and shear stress influenced microbial count. An interaction effect between die dimensions and temperature was observed for spore viability. The variation of shear rate due to rotational speed change of screw did not affect cell viability. The percentage of spore reduction is related to the volume of mass submitted to a velocity gradient flow referred to its adjacencies.

Key words: extruder, feed ingredients, microbiology, pasteurization, feed processing

INTRODUÇÃO

Na agroindústria, a extrusão é amplamente empregada no beneficiamento de alimentos, grãos e rações em escala industrial. Os benefícios deste processo são creditados ao calor e pressão sobre a massa de alimentos, e seu uso tem sido cogitado para controle microbiológico de alimentos animais, substituindo o autoclave.

Vários autores demonstraram que a extrusão pode reduzir a viabilidade de organismos unicelulares, e a maioria dos trabalhos atribuem este efeito ao calor (BOUVERESSE et al., 1982; QUÉGUINER et al., 1989; LIKINAMI et al., 1990; KELLEY e WALKER, 1999)

No entanto, estudos com microorganismos termo-resistentes indicam que outro fenômeno possa estar envolvido na redução da viabilidade microbiológica de alimentos extrusados (KAUFFMAN e HATCH, 1977; BOUVERESSE et al., 1982; BULUT et al., 1999; KELLEY e WALKER, 2000; OKELLO et al., 2006). O fundamento pelo qual o processo de extrusão acarreta a morte celular não está bem esclarecido.

Os principais fenômenos observados na interação entre a extrusora e a massa de alimentos, durante o processo, são a geração de calor, pressão e cisalhamento. Na Seção 5, observou-se que a pressão estática é influenciada pela interação entre configuração da matriz e temperatura da massa, e a taxa de cisalhamento sobre a massa pode ser manipulada pela alteração da configuração da rosca. Os dados apresentados naquele trabalho indicaram que a alteração da taxa de cisalhamento resultante do uso de roscas com diferentes taxas de compressão, resultou em variação do grau de cozimento de amostras de milho e soja.

De acordo com o conceito de equivalência energética (ZHENG e WANG, 1994), calor e cisalhamento são responsáveis pela transformação molecular do alimento durante a extrusão. O cisalhamento causa rompimento da estrutura do amido, reduzindo-o a grânulos menores que 0,5 μm (ZHENG et al., 1995). Aparentemente, tensões de cisalhamento podem reduzir a viabilidade de microorganismos por rompimento de sua estrutura (KAUFMAN e HATCH, 1977; BULUT et al., 1999). Esporos de *B. stearothermophilus* são resistentes ao calor, homogêneos na forma, com comprimento e diâmetro de 2 e 1 μm , respectivamente, e já se demonstrou que a tensão de cisalhamento sobre a mistura de milho e soja inoculados com estes esporos reduz sua viabilidade (Seções 3 e 4). Assim, cogita-se que a interação entre calor e taxa de cisalhamento possa ser a explicação para a redução da viabilidade de microorganismos termodúricos.

Este trabalho objetivou determinar o efeito da temperatura, pressão e taxa de cisalhamento sobre a viabilidade de esporos termodúricos em ração animal submetida ao processo de extrusão.

MATERIAL E MÉTODOS

Preparo das amostras. A preparação do material para o experimento foi feita no Laboratório de Pós-Colheita da Faculdade de Engenharia Agrícola da Unicamp. A suspensão de esporos de *Bacillus stearothermophilus* ATCC 7953 foi adquirida na Fundação André Tosello, em Campinas.

Duzentos quilogramas de grãos de milho e soja foram misturados manualmente na proporção 70:30 (massa) e moídos em moinho tipo martelo, em peneira de 1,5 mm de abertura. O diâmetro geométrico médio da mistura milho e soja utilizada como veículo foi de $542,39 \pm 24,84 \mu\text{m}$, determinado pelo método ANSI/ASAE S319.3 (ASAE, 2004). A composição centesimal foi determinada em laboratório externo, segundo a metodologia AOAC (1984).

Uma fração de 10 kg foi embalada a vacuo para servir de veículo para os microorganismos, e o restante foi hidratado com 20% de água, e embalado ao vácuo em sacos plásticos de 20 kg, permanecendo em repouso à temperatura ambiente durante 12 h para distribuição uniforme da umidade na massa. A umidade final do veículo foi de $30,16 \pm 0,05\%$ (média \pm erro padrão), determinada pelo método gravimétrico após secagem em estufa de ar forçado por 24h a 105 °C até peso constante.

Para evitar qualquer interferência da flora microbiana natural dos ingredientes, o material foi esterilizado com 25 kGy de irradiação gama no Instituto de Pesquisas em Energia Nuclear (IPEN), na Universidade de São Paulo. Após a esterilização, o material foi mantido congelado à temperatura de -30 °C até 72 horas antes do início dos experimentos, quando foram descongelados à temperatura ambiente.

A suspensão de esporos foi dispersa em solução salina 0,85% e misturada à fração reservada para este fim com auxílio de uma batedeira doméstica, de forma a obter umidade final da massa de 30% (base úmida), e concentração final de esporos de 10^6 UFC por 5 g. Esta amostra foi tingida com corante orgânico a base de ftalocianina (marca Xadrez, Sherwin-Williams, Brasil) para facilitar sua identificação. Após semeadura, alíquotas de 300 g deste material foram acondicionadas em sacos plásticos, lacrados e mantidos sob refrigeração a 5 °C

até o momento dos experimentos. A manipulação do material foi feita em capela de fluxo laminar para evitar contaminação.

Para estimativa da distribuição do tempo de residência na extrusora, um indicador colorido foi preparado à base de ftalocianina. Várias amostras contendo a mistura de 100 mg de ftalocianina e 100 mg da mistura milho-soja estéril não semeada foram acondicionadas em pequenos sacos plásticos individuais e mantidos sob refrigeração a 5 °C até o momento dos experimentos.

Ensaio de extrusão. Os ensaios de extrusão foram realizados no Laboratório de Extrusão da Embrapa Agroindústria de Alimentos, no Rio de Janeiro. Utilizou-se uma extrusora monorosca Brabender 19/20 DN (Duisburg, Alemanha) com controle de temperatura em três zonas ao longo do cilindro, sensor de pressão imediatamente anterior à parede interna da matriz, rosca de alimentação e rosca principal com controle de velocidade. O diâmetro interno do cilindro foi de 20 mm, apresentando-se com ranhuras longitudinais internas por toda sua extensão, e a relação comprimento:diâmetro de 20:1. Um cilindro menor, de 70,6 mm de comprimento e 10 mm de diâmetro interno, foi rosqueado ao cilindro principal da extrusora, e serviu como suporte à terceira resistência elétrica de aquecimento, ao sensor de pressão e à matriz (Figura 2). O sensor de pressão foi rosqueado à parede do cilindro menor, de forma a permanecer em contato com a massa extrusada para registro da pressão estática.

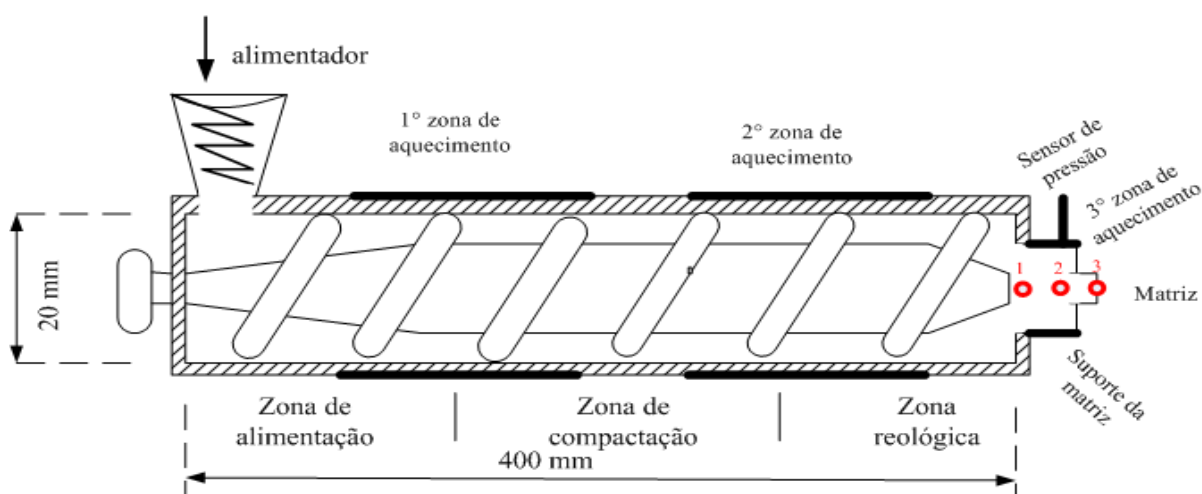


Figura 1. Ilustração esquemática da extrusora monorosca utilizada no experimento; 1, 2 e 3 - pontos de determinação da temperatura da massa extrusada

Para alteração da taxa de cisalhamento aparente nominal sobre a massa, foram utilizadas duas roscas com taxas de compressão de 1:1 e 3:1, identificadas como números 1 e 2, respectivamente. Para efeitos de descrição, a extensão da rosca foi arbitrariamente dividida em três partes iguais, denominadas de zonas de alimentação, de compactação e reológica, no sentido do escoamento do material em direção à matriz. Suas dimensões são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Dimensões das roscas utilizadas

Característica	Rosca 1	Rosca 2
Espessura da hélice, mm	3,8	3,8
Diâmetro do eixo		
Zona de alimentação, mm	11,7	12,2
Zona de compactação, mm	11,7	13,9
Zona reológica, mm	11,7	16,1
Ângulo da hélice, °	55	55
Passo da hélice, mm	21,3	21,3
Diâmetro da hélice, mm	19,0	18,8
Taxa compressão	1:1	3:1

A pressão estática foi manipulada pela variação da restrição ao escoamento, utilizando-se duas matrizes, denominadas A e B, que apresentaram 3,8 mm e 4,9 mm de diâmetro interno, respectivamente, por 23,1 mm de comprimento (Figura 3).

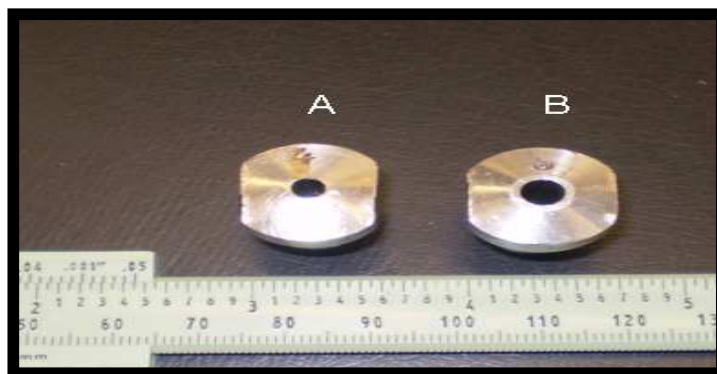


Figura 2. Matrizes A e B utilizadas no experimento

O experimento consistiu em submeter as amostras à diferentes configurações de operação da extrusora. Foram realizados oito tratamentos, T1 a T8, em delineamento completamente casualizado, em esquema fatorial 2^3 , sendo as variáveis independentes 2 tipos de roscas, 2 matrizes e 2 temperaturas na terceira zona de aquecimento. Para estes tratamentos, a velocidade da rosca da extrusora foi mantida constante em 65 rpm.

Para avaliar o efeito da variação da taxa de cisalhamento pelo aumento da velocidade de rotação da rosca, um novo tratamento foi realizado, e T9 seguiu as mesmas configurações de T3, exceto pela velocidade da rosca da extrusora, que foi de 150 rpm. (Tabela 2). A velocidade da rosca alimentadora foi de 25 rpm e constante para todos os tratamentos, que resultou escoamento de $2.714,0 \pm 194,9$ g de massa por hora.

Tabela 2. Composição dos tratamentos

Tratamento	Rosca	Matriz	Temperatura	Veloc. rotação da rosca	Tx Cis Nom
T1	2	B	80	65	1.047,0
T2	2	B	140	65	1.047,0
T3	2	A	80	65	1.047,0
T4	2	A	140	65	1.047,0
T5	1	B	80	65	492,1
T6	1	B	140	65	492,1
T7	1	A	80	65	492,1
T8	1	A	140	65	492,1
T9	2	A	80	150	2.416,6

As taxas de cisalhamento aparente nominal estimadas para a rosca 1 e 2 na velocidade de 65 rpm foram 492,1 e 1.047 s^{-1} (Tratamentos 1 a 8), e para a rosca 2 com velocidade de 150 rpm foi $2.416,6 \text{ s}^{-1}$ (Tratamento 9), utilizando a equação:

$$\dot{\gamma}_r = \pi N D Y^{-1} \quad (1)$$

onde Y é a profundidade do canal da rosca na zona reológica (11,7 mm para rosca 1, e 16,1 mm para rosca 2), N é a rotação da rosca (rpm), D é o diâmetro do cilindro (20 mm), e a taxa de cisalhamento aparente nominal $\dot{\gamma}_r$ é expressa em s^{-1} .

A temperatura da massa foi mensurada pela introdução de um termopar de 1,25 mm de diâmetro por 90 mm de comprimento através da matriz, com a extrusora em operação, em 3 pontos radialmente centrais em relação à parede do cilindro (Figura 1): na entrada do suporte da matriz (ponto 1), no interior do suporte da matriz, imediatamente anterior à entrada da matriz (ponto 2) e na saída da matriz (ponto 3).

A rotina experimental foi comum para todos os tratamentos. A rosca da extrusora foi ligada e ajustada para a velocidade do ensaio. Em seguida, o helicóide alimentador foi ligado e ajustado para 25 rpm. As temperaturas da primeira e segunda zonas de aquecimento foram ajustadas para 80°C, e a temperatura da terceira zona foi ajustada para a temperatura do ensaio. Amostra estéril não semeada foi utilizada para o funcionamento da extrusora até atingir o regime de operação, que foi reconhecido pela estabilização da temperatura, da pressão e vazão do extrusado. A partir de então, procedia-se a extrusão de 300 g da amostra corada contendo os esporos. Esta massa de amostra foi calculada para preencher 1,5 vezes o volume vazio da extrusora. Para evitar quaisquer efeitos de diluição desta amostra naquela não semeada, permitiu-se o escoamento de pelo menos 50% da amostra colorida para, então, proceder-se a coleta de 50 g para análise microbiológica. Em seguida, fez-se a limpeza da rosca e cilindro pela extrusão da amostra estéril não semeada. Todo material de descarte foi incinerado para evitar quaisquer contaminações acidentais.

Estimativa da distribuição do tempo de residência. A distribuição do tempo de residência foi estimada pela avaliação da distribuição do indicador à base de ftalocianina previamente preparado. Com a máquina em regime, o recipiente do alimentador foi esvaziado e o indicador colocado no fim da rosca alimentador, de modo a entrar imediatamente na zona de alimentação. Um cronômetro era acionado e o recipiente do alimentador novamente completado com amostra não semeada. Amostras do extrusado foram coletadas na saída da matriz em intervalos de 10 s. A seguir, estas foram secas em estufa de ar forçado a 50°C por 12h, e moídas em moinho de disco Perten modelo 3600 (Huddinge, Suíça).

A cor das amostras foi analisada em colorímetro (MiniScan XE Plus, HunterLab, EUA) pela escala CIELab, e os valores *a* (escala vermelho-verde) e *b* (escala amarelo-azul) registradas. A intensidade (C) da cor de ftalocianina (azul) foi determinada com:

$$C_i = \left| \frac{a}{b} \right| \quad (2)$$

Assumindo que a relação entre a concentração de ftalocianina e a coloração azul nas amostras foram diretamente proporcionais, a distribuição do tempo de residência do indicador foi descrito pela seguinte função:

$$E(t) \cong \frac{C_i}{\sum_{i=0}^{\infty} C_i \Delta t} \quad (3)$$

A quantidade acumulada de indicador coletado foi representada pela função:

$$F(t) \cong \frac{\sum_{i=0}^t C_i \Delta t}{\sum_{i=0}^{\infty} C_i \Delta t} \quad (4)$$

Recuperação e contagem dos esporos. Após os tratamentos, procedeu-se a recuperação dos esporos a partir das amostras extrusadas. Um grama de amostra foi diluída em 49 mL de solução salina 0,85% estéril e vigorosamente agitada com auxílio de um "mixer" doméstico. Uma alíquota de 5 mL foi depositada em tubo TDT estéril e submetida ao banho-maria a 100°C por 30 min, seguida de rápido resfriamento em banho de gelo para suscitar a germinação dos esporos. O meio de cultura foi preparado com água destilada, seu pH foi corrigido para 7,1 com NaOH 0,1N, e esterilizado em autoclave a 121°C por 20 min. A contagem dos esporos foi feita pelo método de leitura direta em placas, em ágar dextrose-triptona, incubados a 50°C por 48 h, de acordo com a metodologia descrita por Orson e Sorrels, (1992). Toda contagem foi realizada em quadruplicatas. Os resultados obtidos foram expressos em percentual de viabilidade, definido como a razão entre o número de microorganismos viáveis após o tratamento (N) e o número de microorganismos viáveis na amostra original (No), multiplicado por 100.

Para visualização dos esporos, estes foram fotografados com auxílio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) (Leo, 440i, Cambridge, Inglaterra). As amostras colhidas foram secas em dessecador e recobertas com ouro e paládio.

Análise dos resultados. Os dados experimentais foram analisados pelo procedimento General Linear Model (GLM) do software Minitab versão 14.1. A verificação da normalidade da distribuição dos dados foi feita utilizando-se o teste Kolmogorov-Smirnov (LILLIEFORE, 1967).

Espera-se que a pressão estática sobre a massa submetida à extrusão seja influenciada pela interação entre configuração da matriz e temperatura da massa (Seção 5). Assim, no modelo estatístico, a variável pressão estática foi incluída como covariável para estudo da viabilidade dos esporos.

As variáveis independentes dentro do esquema fatorial foram analisadas segundo o seguinte modelo:

$$Y_{ijk} = \mu + R_i + M_j + T_k + RM_{ij} + RT_{ik} + MT_{jk} + b(X_{ijk} - X_m) + e_{ijk} \quad (5)$$

onde: Y_{ijk} é a resposta observada; μ é a média geral da característica observada; R_i é o efeito da rosca, $i = 1$ ou 2 ; M_j é o efeito associado à matriz, $j = 1$ ou 2 ; T_k é o efeito associado à temperatura, $k = 1$ ou 2 ; RM_{ij} é o efeito de interação entre as variáveis rosca e matriz; RT_{ik} é o efeito de interação entre as variáveis rosca e temperatura; MT_{jk} é o efeito de interação entre as variáveis matriz e temperatura; b é o coeficiente de regressão da variável pressão sobre a variável dependente estudada, X_{ijk} é o valor da pressão na parcela, e X_m é o valor médio da pressão entre todos os tratamentos (covariável estudada apenas para variável viabilidade dos esporos); e_{ijk} é o erro aleatório associado a cada observação.

Os tratamentos T3 e T9 foram comparados pelo procedimento GLM e contraste de médias pelo teste Tukey.

As hipóteses de nulidade foram rejeitadas quando o nível de significância foi menor que 5% ($P < 0,05$). Os dados foram apresentados como média das observações seguidas de seu erro padrão.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Composição centesimal da amostra. Os teores de cinzas, extrato etéreo e proteína bruta, fibra solúvel em detergente neutro (FDN), fibra solúvel em detergente ácido (FDA) e amido, com base na matéria-seca, foram $2,66 \pm 0,05$; $7,61 \pm 0,04$; $19,7 \pm 0,4$; $11,64 \pm 0,15$; $5,08 \pm 0,20$ e $74,38 \pm 0,11\%$ respectivamente. Estes dados estão de acordo com os valores obtidos em tabelas de composição de alimentos (SAUVANT et al., 2002; ROSTAGNO et al., 2005).

Resultados da análise estatística. Na Tabela 3 são apresentados os resultados da análise de variância para efeitos principais e interações de segunda ordem. Os níveis de significância para falta de ajuste do modelo, coeficiente de determinação e normalidade dos resíduos, indicam que as variáveis independentes escolhidas são boas preditoras para os fenômenos estudados. A variação dos tempos mínimo e máximo de residência foi explicada pelas interações entre rosca e matriz, e temperatura e matriz. A variação da pressão estática foi explicada pela interação entre matriz e temperatura. A variação na viabilidade celular foi explicada pela configuração da rosca e interação entre configuração de matriz e temperatura na terceira zona.

A Tabela 4 apresenta as médias para a variável dependente que não sofreu efeito de interação. A Tabela 5 apresenta as médias de efeitos simples para as variáveis dependentes que sofreram apenas um efeito de interação das variáveis independentes. A Tabela 6 apresenta as médias de efeitos simples para as variáveis que sofreram mais de um efeito de interação das variáveis independentes.

Tabela 3. Análise de variância dos tratamentos T1 a T8.

Efeitos principais	Nível de Significância P			
	t min res	t max res	Pressão	Viabilidade
Rosca	0,001	0,143	0,326	0,000
Matriz	0,011	0,212	0,000	0,749
Temperatura	0,054	0,127	0,000	0,001
<u>Interação</u>				
Rosca*matriz	0,039	0,000	0,487	0,971
Rosca*temperatura	0,991	0,548	0,766	0,669
Matriz*temperatura	0,030	0,009	0,003	0,023
Covariável Pressão	-	-	-	0,726
Falta de ajuste	0,264	0,536	0,271	0,550
R ² , %	69,12	69,91	92,16	91,00
Normalidade dos resíduos	0,14	0,11	>0,15	>0,15

Viabilidade - número de esporos viáveis; t min res, t max res - tempos mínimo e máximo de residência, respectivamente.

Tabela 4. Médias dos efeitos principais dos tratamentos T1 a T8, para viabilidade dos microorganismos

Variável	Viabilidade (%)
Rosca 1	31,63±7,45a
Rosca 2	16,03±3,85b

Média ± erro padrão; Letras diferentes indicam médias diferentes (P<0,05)

Tabela 5. Médias dos efeitos simples para variáveis com uma interação significativa - T1 a T8

Interação matriz e temperatura		
	Viabilidade esporos (%)	
	80 °C	140 °C
Matriz A	28,36±4,50b	9,93±4,50c
Matriz B	49,79±4,50a	7,24±4,50c

	Pressão (kPa)	
	80 °C	140 °C
Matriz A	2.272±61a	1.318±61c
Matriz B	1.607±67b	1.120±61c

Média ± erro padrão; Letras diferentes indicam médias diferentes entre contrastes na mesma variável dependente (P<0,05)

Resultados dos tratamentos do esquema fatorial. Na Tabela 4, observa-se que o resultado para viabilidade de esporos foi influenciado pela configuração da rosca utilizado, sendo que o uso da rosca 2 resultou em maior redução da viabilidade quando comparado aos dados da rosca 1. Estes dados indicam que o aumento da taxa de cisalhamento pelo aumento da taxa de compressão da rosca é uma hipótese plausível para a morte celular.

Também se observou interação entre matriz e temperatura para viabilidade celular (Tabela 5). A combinação de matriz A e B com temperatura de 140 °C resultou em maiores reduções da viabilidade. A combinação de matriz A e temperatura 80 °C resultou em um nível intermediário de redução, porém significativamente maior que estas últimas, mas menor que a redução observada para a combinação de matriz B e temperatura 80 °C.

Na Tabela 5, os dados de viabilidade a 80 °C indica que houve diferença entre os tratamentos com matriz A e B, mas os dados a 140 °C indicam que o calor anulou tal diferença. Esta interação entre temperatura e matriz para viabilidade celular é de difícil explicação.

No entanto, conforme apresentado na Tabela 3, a variação observada no nível de pressão estática sobre a massa não esteve relacionada com a variação observada para viabilidade celular. Estes dados estão coerentes com os resultados de controle microbiológico

por altas pressões hidrostáticas, que indicam o requerimento de pressões com 2 ordens de magnitude acima das obtidas neste experimento (HAYAKAWA et al., 1994; PERRIER-CORNET et al., 1999; BENITO e MACKEY 1999; CAMPOS et al., 2003).

A Figura 3 apresenta a curva típica de recuperação cumulativa do corante indicador utilizado para determinação da distribuição do tempo de residência da massa no extrusor.

Os tempos mínimos e máximos de residência sofreram efeitos da interação entre rosca e matriz, e matriz e temperatura. Na Tabela 6 se observa uma tendência de maiores tempos mínimos e máximos de residência com rosca 2, matriz A e temperatura de 80 °C. Este padrão está consistente com a previsão de maior retenção da massa ao longo do cilindro quando há maior dificuldade de escoamento do material, e o conseqüente aumento da pressão (MILLER e MULVANEY, 2000). Este aumento de volume na região alimentadora pode estar associado à maior mistura e diluição do corante indicador, o que resultou em maior tempo para recuperação do corante, indicando tempos de residência maiores.

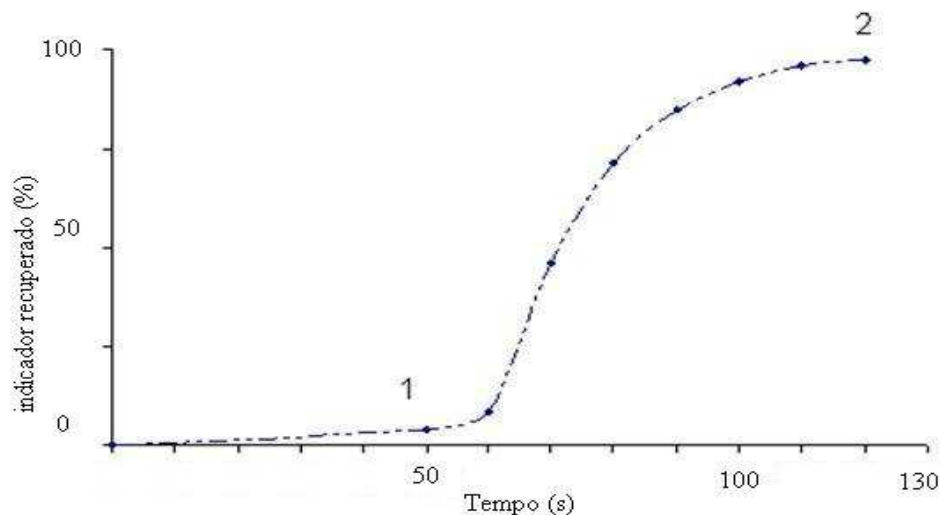


Figura 3 . Curva de recuperação do indicador para determinação da distribuição do tempo de residência no extrusor, obtida de uma repetição de T1. 1 - tempo mínimo de residência; 2 - tempo máximo de residência.

Tabela 6. Médias para os efeitos simples dos tratamentos T1 a T8, para variáveis dependentes com mais de uma interação significativa entre as variáveis independentes

Tempo Mínimo Residência (s)				
	Matriz A		Matriz B	
	80 °C	140 °C	80 °C	140 °C
Rosca 1	85,67±5,21abc	58,00±2,00c	66,33±3,18bc	72,67±6,36bc
Rosca 2	110,0±10,00a	94,67±7,42ab	80,00±7,64abc	76,67±7,26abc
Tempo Máximo Residência (s)				
	Matriz A		Matriz B	
	80 °C	140 °C	80 °C	140 °C
Rosca 1	165,70±6,31abc	138,00±7,72c	166,33±6,31bc	172,67±6,31abc
Rosca 2	190,0±7,73a	174,67±6,30ab	150,00±6,30c	156,70±6,31bc

Média ± erro padrão; Letras diferentes indicam médias diferentes para os contrastes dentro da variável dependente (P<0,05)

A suspeita de ocorrência de fenômeno mecânico gerado no processo de extrusão para explicar a redução da viabilidade celular não é nova, e outros autores estudaram o tema (KAUFFMAN e HATCH, 1977; BULUT et al., 1999; OKELO et al., 2006).

Okele et al. (2006), trabalhando com extrusor com rosca única, observaram redução de 1,03 ciclo logarítmico na viabilidade de *B. stearotheophilus* ATCC 12980 e redução total de *Salmonella typhimurium* em mistura de milho, soja e farinha de origem animal. Estes autores indicam que a configuração para redução máxima da viabilidade foi a temperatura de 110 °C na terceira zona do cilindro, umidade da massa em 24,5% e tempo médio de residência de 11 s. No entanto, os autores não indicaram a configuração da rosca ou matriz utilizados ou a temperatura da massa.

Kauffman e Hatch (1977) observaram redução de 20 a 60% na viabilidade de leveduras inoculadas em alimentos para cães quando submetidos à extrusão em temperaturas abaixo de 40 °C. Estes autores sugeriram que as células foram rompidas quando submetidas à tensão de cisalhamento no interior da matriz, e correlacionaram o percentual de redução celular com o volume da massa sujeita ao gradiente de velocidade do escoamento ao longo do raio da matriz. Porém, diferente dos resultados obtidos nas Seções 2 e 4, aqueles autores assumiram comportamento newtoniano para o escoamento da ração pela matriz, o que resulta em estimativa maior de volume de massa sob cisalhamento.

Os dados apresentados por Bulut et al. (1999) indicam que células vegetativas termooestáveis de *Microbacterium lacticum* foram completamente eliminadas à medida que se

aumentou a tensão de cisalhamento em extrusor de rosca dupla. No entanto o método de inoculação dos microorganismos na forma de pulso, diretamente sobre a massa na zona de alimentação da extrusora pode resultar em diluições das células de forma incontrollável, resultando na redução das contagens microbiológicas na saída da matriz. Não está claro como estes autores isolaram tal efeito.

Roscas de configuração simples, que não apresentam interrupção das hélices, como os utilizados neste experimento, resultam em escoamento do tipo laminar (HAPER, 1998), e apresentam pouca habilidade de mistura dos ingredientes (HARPER, 1998; RIAZ, 2000, ROKEY, 2000). No entanto, os dados de distribuição do tempo de residência neste experimento, indicam que certa mistura ocorre na zona de alimentação e nos vazamentos nos espaços entre a hélice e a parede do cilindro, que não podem ser desprezados e afetam a contagem dos microorganismos quando aplicados na forma de pulso.

Este fenômeno de diluição dos microorganismos inoculados na forma de pulso está descrito no trabalho de Bouverese et al. (1982), que necessitaram realizar coletas seriadas ao longo do tempo para recuperação cumulativa dos esporos remanescentes.

Neste ensaio se utilizou amostras não-semeadas para funcionamento da máquina até o estado de regime e coleta de dados, e amostras semeadas para coletas de amostra para o estudo microbiológico. Para coleta das amostras para microbiologia, o procedimento experimental previu a passagem de volume de amostra equivalente a 1,5 vezes o volume nominal do cilindro para então proceder-se a coleta. Este procedimento visou eliminar quaisquer efeitos de diluição entre amostra não-semeada e amostra semeada.

Alteração da taxa de cisalhamento pelo aumento da velocidade de rotação da rosca. A Tabela 7 apresenta as médias das variáveis dependentes para os tratamentos T3 e T9. A configuração para estes tratamentos é idêntica, exceto pela velocidade de rotação da rosca .

Tabela 7. Médias para percentual de viabilidade dos esporos e tempos mínimo e máximo de residência dos tratamentos T3 e T9.

Tratamento	Viabilidade (%)	t min, (s)	t max (s)
T3	19,90±3,24a	123,3±14,50a	203,3±14,50a
T9	21,42±8,24a	70,00±5,77b	170,00±5,77a

Média ± erro padrão; t min residência, t máx residência - tempos mínimo e máximo de residência, Letras diferentes indicam médias diferentes na coluna, (P<0,05).

O aumento da velocidade da rosca está diretamente relacionado ao aumento da taxa de cisalhamento nominal (equação 4). Exceto pelo tempo mínimo de residência, que foi menor para T9, as demais variáveis dependentes, inclusive viabilidade celular, não diferiram entre T3 e T9 ($P>0,05$). Nos tratamentos dentro do esquema fatorial, a troca da rosca 1 pela rosca 2 resultou em aumento da taxa de cisalhamento nominal, pela maior taxa de compressão da rosca 2, e resultou em redução da viabilidade celular (Tabela 4). Estas observações suscitam a hipótese que o volume da massa submetida ao cisalhamento durante a extrusão manteve-se inalterado entre T3 e T9, onde foi empregada apenas a rosca 2, o que explicaria a igualdade dos efeitos sobre esta variável.

Gopalakrishna e Jaluria (1992) simularam o perfil do gradiente de velocidade do escoamento no canal da rosca de extrusora simples. Estes autores deduziram que o gradiente de velocidade do escoamento incide em maior percentual da massa à medida que a taxa de compressão da rosca aumenta. Cogita-se que, em virtude da maior taxa de compressão da rosca 2, o percentual de massa submetido ao gradiente de velocidade de escoamento é maior quando comparado à rosca 1, que apresenta hélices mais altas, e carrega maior volume relativo de amostra na zona de cisalhamento (Figura 4).

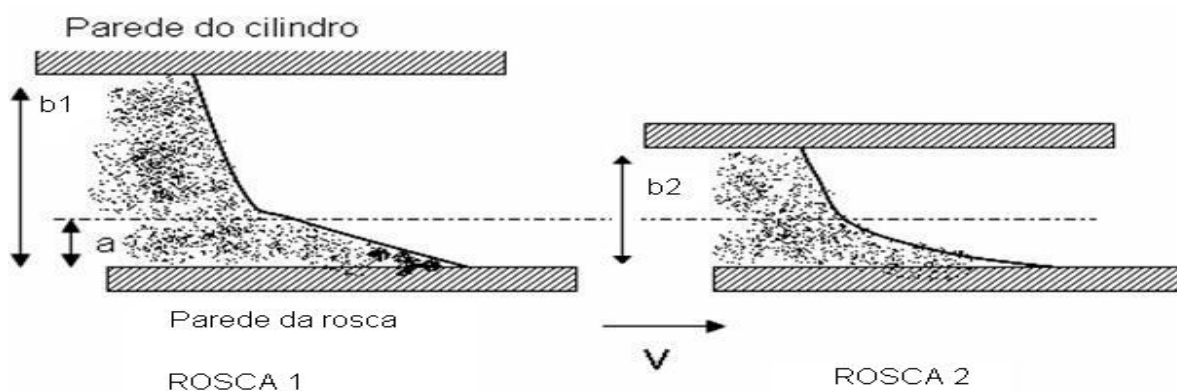


Figura 4. Comportamento do escoamento da massa na extrusora. a - volume da massa sob taxa de cisalhamento; b - volume total da massa no canal da rosca, b_1 - canal da rosca 1 é mais profundo que b_2 - canal da rosca 2. v - velocidade de rotação da rosca.

Zheng et al. (1995) avaliaram a redução de partículas de amido em uma extrusora de rosca única, com taxa de compressão 3:1, similar ao utilizado neste experimento. Estes autores observaram que o percentual de partículas com diâmetro geométrico médio abaixo de $0,5 \mu\text{m}$

foi de 5%, independente da velocidade de rotação da rosca, que variou de 25 a 200 rpm. Porém, ao submeter as amostras à sucessivas passagens pelo extrusor, os autores observaram aumento daquele percentual que chegou a 76% de partículas abaixo de 0,5µm. Apesar de aqueles autores sugerirem que esta observação tenha sido resultado do maior tempo de exposição das partículas às tensões cisalhantes, decorrente das múltiplas passagens, pode-se cogitar que o manuseio das amostras entre a coleta e alimentação do extrusor, entre as diversas passagens, acarretou maior homogeneização da massa, o que permitiu exposição de maior volume de partículas à região do escoamento da massa onde há um gradiente de velocidade em relação as suas adjacências .

Os dados obtidos na Seção 2 indicam que uma porção de um fluído pseudo-plástico sob escoamento viscométrico não está submetida ao gradiente de velocidade em relação as suas adjacências, e o volume desta porção varia de acordo com o comportamento do escoamento indicado pelo índice n , para um fluído regido pela Lei da Potência. Sabe-se que o histórico de tratamento térmico e mecânico influenciam a viscosidade aparente final do produto extrusado, porém não afetam significativamente o comportamento do escoamento (SENOUCI e SMITH, 1998; KOKINI et al., 1992). Assim, é possível a extrapolação do índice n obtido pela técnica de reometria capilar para o estudo do escoamento da massa na extrusora. A igualdade dos resultados para viabilidade dos esporos entre T3 e T9 é coerente com esta hipótese, e está de acordo com os resultados da contagem microbiológica obtidos na Seção 4, onde se demonstrou que o aumento da taxa de cisalhamento, pelo aumento da velocidade de deslocamento do pistão, não influenciou na viabilidade celular, embora a tensão cisalhante a tenha reduzido.

A diferença observada para tendência à retrogradação entre T3 e T9 (Seção 5) não é contraditória com esta explicação. A tendência à retrogradação medida no RVA varia de acordo com o acúmulo de solúveis na amostra, e desta forma pode ser considerada um método capaz de medir um evento contínuo, como a quebra da estrutura do amido sob cisalhamento ao longo do tempo, em determinada porção da amostra. O método de avaliação da viabilidade celular aqui utilizado só permite mensurar evento discreto, que é a morte ou sobrevivência do esporo. Uma vez que houve morte celular pelo efeito do cisalhamento, a continuação do tratamento sobre este indivíduo não será detectada pelo método microbiológico.

Micrografia dos esporos. A Figura 5 apresenta a imagem dos esporos de *B. stearothermophilus*, obtida por microscopia eletrônica de varredura. No entanto, a técnica empregada neste ensaio não permitiu a observação de células rompidas. A Tabela 8 apresenta a

média da contagem final dos esporos, em base logarítmica. Todos os tratamentos, exceto T5, resultaram em redução significativa da viabilidade dos esporos em relação à amostra original (Dunnett, $P < 0,05$).

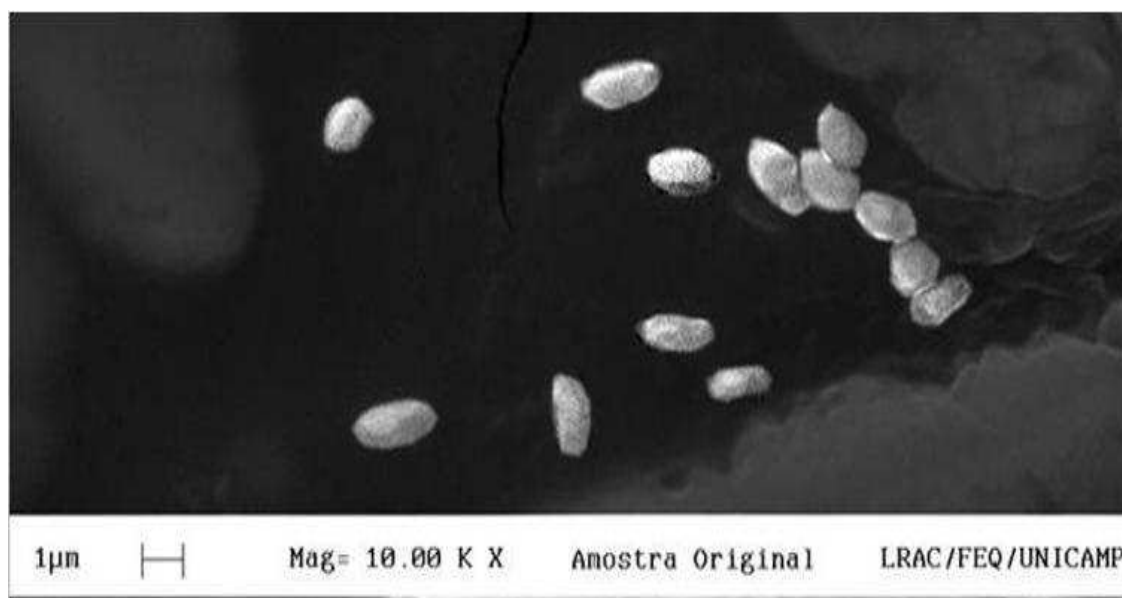


Figura 5. Micrografia de esporos de *B. stearothermophilus* (MEV, 10.000x)

Estimativa da redução da viabilidade em função da temperatura. A discussão sobre a contribuição direta do calor sobre redução da viabilidade dos esporos é pertinente neste experimento. A análise de variância indicou diferença significativa entre a viabilidade celular em função da configuração de rosca utilizada (Tabela 3). Porém, tal efeito poderia ser creditado à contribuição de calor por dissipação viscosa decorrente do aumento da taxa de compressão entre as roscas 1 e 2.

Tabela 8. Médias do número de esporos viáveis e percentual de viabilidade nos diferentes tratamentos

Tratamento	Rosca	Matriz	Temperatura (°C)	Vel. rotação rosca (rpm)	Log esporos viáveis 5 g amostra	Viabilidade ¹ (%)
Testemunha	-	-	-	-	6,58±0,02	100,0
T1	2	B	80	65	6,11±0,06	34,9
T2	2	B	140	65	5,01±0,31	2,7
T3	2	A	80	65	5,88±0,07	19,9
T4	2	A	140	65	5,38±0,11	6,3
T5	1	B	80	65	6,39±0,10*	64,5
T6	1	B	140	65	5,60±0,08	10,5
T7	1	A	80	65	6,14±0,08	36,3
T8	1	A	140	65	5,68±0,14	12,6
T9	2	A	80	150	5,84±0,20	21,4

Média ± erro padrão; Testemunha - amostra original sem qualquer tratamento; * Média de T5 foi igual à média da testemunha (Dunnett, P>0,05); 1. Estimado com base no número de esporos viáveis antes da transformação logarítmica.

As fontes de calor na extrusora são: a dissipação viscosa da energia mecânica líquida utilizada para impulsionar a rosca, a transferência de calor pela parede do cilindro, e o calor latente do vapor condicionador injetado diretamente sobre a matéria-prima ou através da parede do cilindro (HARPER, 1992).

As amostras, neste experimento, não foram submetidas ao pré-condicionamento por vapor, e foram extrusadas com temperatura inicial de aproximadamente 20 °C. As temperaturas da massa em diferentes locais, em função da temperatura na terceira zona de aquecimento e da configuração da rosca são apresentadas na Tabela 9. A configuração da matriz não influenciou a temperatura na massa (P>0,05; Tabela 11, Anexo II).

Tabela 9. Temperatura da massa extrusada (°C) em função da temperatura na terceira zona, configuração da rosca e local de mensuração; matriz A

Temperatura 3° zona - 80 °C			Temperatura 3° zona - 140 °C		
	Rosca 1	Rosca 2		Rosca 1	Rosca 2
Ponto 1	70,0 ± 2,5a	67,5 ± 0,3a	Ponto 1	70,0 ± 2,5a	67,5 ± 1,1a
Ponto 2	76,3 ± 2,1a	75,0 ± 1,2a	Ponto 2	109,7 ± 2,0 a	120,3 ± 1,2 b
Ponto 3	79,0 ± 1,2a	78,0 ± 1,2a	Ponto 3	120,5 ± 1,3a	127,7 ± 2,2a

média ± erro padrão; Letras diferentes indicam médias diferentes para os contrastes de rosca 1 contra rosca 2 .(P<0,05); os pontos e as temperaturas da terceira zona não foram contrastados entre si

Os dados de temperatura na massa, na entrada do suporte da matriz (ponto 1, Tabela 9), indicam que a diferença de compressão entre as duas roscas também não influenciou a temperatura da massa, e ficaram abaixo dos 80 °C. Estas observações estão coerentes com dados de outro experimento com extrusora de rosca única, com mistura de ingredientes idêntica à utilizada neste experimento (em fase de elaboração)², onde os autores mantiveram a temperatura do cilindro em 114°C e a temperatura da massa na saída da matriz foi de 96,5 °C. Essegir e Sernas (1992) obtiveram diferenças de temperatura similares entre a parede do extrusor de rosca simples e a massa de alimentos.

Também foi possível observar que a queda de temperatura por evaporação do extrusado, na saída da matriz, foi abrupta, representando 30 °C em 10 s, aproximadamente.

Os esporos de *B. stearothermophilus* mostraram-se resistentes ao calor quando semeados na mistura milho e soja (Seção 3), apresentando valor $D_{121,1^{\circ}\text{C}}$ e z de 14,2 min e 23,7 °C, respectivamente. A contribuição do calor para a redução da viabilidade dos esporos em todos os tratamentos com temperatura de 80 °C pode ser considerada desprezível no tempo de residência em que a massa foi submetida à extrusão, visto que a estimativa para $D_{80^{\circ}\text{C}}$ é de 747 min (equação 3, Seção 3). A resposta de viabilidade observada nestes tratamentos pode ser creditada à tensão cisalhante gerada pela ação da rosca e escoamento da massa pelas matrizes.

Na Tabela 9, as médias de temperatura da massa mensuradas no ponto 2 são diferentes para as roscas 1 e 2 ($P < 0,05$). Este dado está coerente com o tempo de residência maior para a combinação rosca 2 e matriz A, quando comparado à combinação rosca 1 e matriz A, a 140 °C (Tabela 6). No entanto, esta diferença não influenciou a viabilidade dos esporos, visto a ausência de significância para a interação entre temperatura e configuração da rosca para aquela variável (Tabela 3).

Na Seção 5, trabalhando com extrusão de material e condições idênticas ao presente experimento, determinamos a vazão média de 1,10 kg/h para a temperatura de 140 °C na terceira zona. Baseados neste valor para vazão, no volume nominal interno do conjunto suporte da matriz e matriz A, e na densidade real da massa, estimou-se que os tempos de residência médios aproximados da massa no interior do suporte da matriz e da matriz A foram 23,2 e 1,1 s, respectivamente. Este tempo de residência, aliado à difusão de calor na massa na terceira zona

² Trabalho de iniciação científica em andamento

nos tratamentos a 140 °C, foram suficientes para resultar em maior mortalidade celular quando comparados aos tratamentos a 80 °C (Tabela 3).

CONCLUSÕES

A pressão estática não influenciou a contagem celular, porém temperatura e tensão cisalhante reduziram a viabilidade dos microorganismos.

A variação da taxa de cisalhamento aparente nominal pelo aumento da rotação da rosca não influenciou a viabilidade celular, porém a variação da taxa de cisalhamento aparente nominal pela alteração da taxa de compressão da rosca afetou a viabilidade dos esporos.

O percentual da redução da viabilidade celular está diretamente relacionado ao volume de material submetido ao gradiente de velocidade de escoamento.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVAREZ-MARTINEZ, L., KONDURY, K.P. e HARPER, J.M. A general model for expansion of extruded products. **Journal of Food Science**, v. 53, n. 2, p. 609-15, 1988.

ANDERSON, R.A, CONWAY, H.F, PFEIFER, V.F, GRIFFIN, E.L. Gelatinization of corn grits by roll- an extrusion-cooking. **Cereal Science Today**, v. 14, n. 1, p. 4-11, 1969.

AOAC. **Official methods of analysis**. 14 ed., ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS : Washington, DC, 1984. 1141p.

ASAE. Method of determining and expressing fineness of feed materials by sieving. ANSI/ASAE S319.3. In: **Agricultural Engineers Yearbook of Standard**. St. Joseph : ASAE, 51 ed., 2004. p.578-81.

ASCHERI, J.L.R. Princípios da produção de snaks de terceira geração por extrusão. In: **Processo de extrusão de alimentos: Aspectos tecnológicos para o desenvolvimento e produção de alimentos extrusados, para o consumo humano e animal, Apostila...**, Embrapa CTAA, Rio de Janeiro, 28 a 30 de agosto, 2007a.

ASCHERI, J.L.R. Extrusão termoplástica de amidos e produtos amiláceos, In: **Processo de extrusão de alimentos: Aspectos tecnológicos para o desenvolvimento e produção de alimentos extrusados, para o consumo humano e animal, Apostila...**, Embrapa CTAA, Rio de Janeiro, 28 a 30 de agosto, 2007b.

BHATNAGAR, S. e HANNA, M.A. Amylose-lipid complex formation during single-screw extrusion of various corn starches. **Cereal Chemistry**, v. 71, n. 6, p. 583-7, 1994a.

BHATNAGAR, S. e HANNA, M.A. Extrusion processing conditions for amylose-lipid complexing. **Cereal Chemistry**, v. 71, n. 6, p. 587-93, 1994b.

BEARMAN, T.C., GREENAMYRE, J.T., CORNER, T.R. et al. Bacterial spore heat resistance correlated with water content, wet density, and protoplast/sporoplast volume ratio. **Journal of Bacteriology**, v.150, n.2, p. 870-7, 1982.

BENITO, A., MAKEY, B. Strain differences in resistance to high pressure and mild heat in isolates of Escherichia coli O157. In: LUDWIG, H. **Advances in high pressure bioscience and biotechnology, Proceedings of the International Conference on High Pressure Bioscience and Biotechnology**, Springer: Heidelberg, 1999. p.35-38.

BLACK, S.H. e GERHARDT, P. Permeability of bacterial spores: III. Permeation relative to germination. **Journal of Bacteriology**, v. 83, n.2, p. 301-8, 1962.

BOUVERESSE, J.A., CERF, O, GUILBERT, S. CHEFTEL, J.C. Influence of extrusion cooking on the thermal destruction of Bacillus stearothermophilus spores in a starch-protein-sucrose mix. **Lebensm.-Wiss. u. -Technol**, v. 15, p. 135-38, 1982.

BRUIN, S., VAN ZUILICHEM, D.J., STOLP, W. Extrusion of biopolymers in a single-screw extruder. **Journal of Food Processing Engineering**, n.2, p. 1-37. 1978.

BULUT, S., WAITES, W.M., MITCHELL, J.R. Effects of combined shear and thermal forces on destruction of Microbacterium lacticum. **Applied Environmental Microbiology**, v.65, n.10, p.4464-69, 1999.

CAMIRE, M.E. Chemical and nutritional changes in food during extrusion. RIAZ, M.N. (ed). **Extruders in Food Applications**, CRC Press: Boca Raton, 2000. p. 127-148.

CAMPOS, F. P., DOSUALDO, G.L. e CRISTIANINI, M. Utilização de tecnologia de alta pressão no processamento de alimentos. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 6, n. 2, p. 351-7, 2003.

CARVALHO, C.W.P. Extrusão de alimentos: do conhecimento científico à aplicação tecnológica. In: **Processo de extrusão de alimentos: Aspectos tecnológicos para o**

desenvolvimento e produção de alimentos extrusados, para o consumo humano e animal, Apostila..., Embrapa CTAA, Rio de Janeiro, 28 a 30 de agosto, 2007.

DEPIERI, M. **Desenvolvimento de pastas alimentícias instantâneas por processo de extrusão termoplástica: Influência do tipo de trigo, teor de emulsificantes e parâmetros do processo na qualidade do produto**. 2004, 133p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, 2004.

ESSEGHIR, M. e SERNAS, V. Experiments on a single-screw extruder with a deep and highly curved screw channel. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V. (ed). **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed.: Nova Iorque, 1992. p. 21- 40.

GOLAPAKRISHNA, S. e JALURIA, Y. Modeling of starch gelatinization in a single-screw extruder. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V. (ed). **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed.: Nova Iorque, 1992. p. 3-20.

HARPER, J.M. Food extruders and their applications. In: MERCIER, C., LINKO, P., HARPER, J.M. (ed). **Extrusion Cooking**, American Association of Cereal Chemists: St Paul, 1998. p1-16.

HARPER, J.M. e TRIBELHORN, R.E., Expansion of native cereal starch extrudates, In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V., **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed., Nova Iorque, 1992. p. 653- 667.

HAYAKAWA, I., KANNO, T., TOMITA, M. et al. Application of high pressure for spore inactivation and protein denaturation. **Journal of Food Science**, v. 59, n. 1, p. 159-63, 1994.

HOUT, R.V.D., JONKERS, J. VLIET, V.T. et al. Influence of extrusion shear forces on the inactivation of trypsin inhibitors in soy flour. **Trans IChemE**, v. 76, c, 155-61, 1998.

KAUFFMAN, K.B.; HATCH, R.T. Shear effects on cell viability during extrusion of semi-moist foods. **Journal of Food Science**, v. 42, n. 4, p. 906-10, 1977.

KELLEY, T.R., WALKER, P.M. Bacterial concentration reduction of food waste amended animal feed using a single-screw dry-extrusion process. **Bioresource Technology**, v. 67, p. 247-53, 1999.

KELLEY, T.R., WALKER, P.M. Bacterial concentration reduction in swine waste amended livestock feed using a single-screw dry-extrusion process. **Bioresource Technology**, v. 75, p. 189-95, 2000.

KITABATAKE, N. e DOI, E. Denaturation and texturization of food protein by extrusion cooking. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V. (ed). **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed.: Nova Iorque, 1992. p. 361-371.

KOKINI, J.F., CHANG, C.N., e LAI, L.S. The role of rheological properties on extrudate expansion. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V.(ed), **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed.: Nova Iorque, 1992. p. 631-652.

LEITÃO, M.F.F., JUNQUEIRA, V.C.A. Microbiologia Aplicada à esterilização de alimentos. In: GERMER, S.P.M. et al., **Principios de esterilização de alimentos, manual técnico** 10, 2 ed., ITAL, p. 3-22, 1995.

LIKINAMI, T.A. SOFOS, J.N. MAGA, J.A et al. Methodology to determine destruction of bacterial spores during extrusion cooking. **Journal of Food Science**, v. 55, n. 5, p. 1388-93, 1990.

LILLIEFORE, H.W. On the Kolmogorov-Smirnov Test for Normality with mean and variance unknown. **Journal of the American Statistical Association**, v. 62, p. 399-402, 1967.

MILLER, R.C; MULVANEY, S. Unit Operations and equipment: IV. Extrusion and extruders, In: FAST, R.; CALDWELL, E. (ed), **Breakfast Cereals and how they are made**, 2ed., American Association of Cereal Chemists: Minnesota, 2000. p. 215-278.

OKELO, P.O., WAGNER, D.D., CARR, L.E. et al. Optimization of extrusion conditions for elimination of mesophilic bacteria during thermal processing of animal feed mash. **Animal Feed Science and Technology**, v. 129, p. 116-37, 2006.

ORSON, K.E., SORRELS, K.M. Thermophilic Anaerobic Sporeformers. In: VANDERZANT, C., SPLITTSTOESSER, D.F. **Compendium of methods for the microbiological examination of foods**. 3 ed., American Public Health Association: Washington, 1992. p. 245-8

foods, 3 ed., American Public Health Association, Washington, 1992.

PERRIER-CORNET, J.M., HAYERT, M., SAURAT, E. et al. Interaction between osmotic and hydrostatic pressure in yeast inactivation. In: LUDWIG, H. (ed). **Advances in high pressure**

bioscience and biotechnology, Proceedings of the International Conference on High Pressure Bioscience and Biotechnology, Springer: Heidelberg, p.27-30, 1999.

QUÉGUINER, C., DUMAY, E., CAVALIER, C. et al. Reduction of *Streptococcus thermophilus* in a whey protein isolate by low moisture extrusion cooking without loss of functional properties. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 24, p. 601-12, 1989.

RIAZ, M.N. Introduction to extruders and their principles. In: RIAZ, M.N. (ed), **Extruders in Food Applications**, CRC Press: Boca Raton, 2000a. p. 1-24.

RIAZ, M.N. Practical considerations in extrusion processing. RIAZ, M.N. (ed), **Extruders in Food Applications**, CRC Press: Boca Raton, 2000b. p. 149-166.

RIAZ, M.N. Selección del extrusor correcto. In: GUY, R.(ed), **Extrusión de los alimentos**, Acirbia: Zaragoza, 2001. p.29-50.

ROKEY, G.J. Single-screw extruders. In: RIAZ, M.N. (ed), **Extruders in Food Applications**, CRC Press: Boca Raton, 2000. p. 25-50.

SENOUCI, A. e SMITH, A.C. An experimental study of food melt rheology: I. Shear viscosity using a slit die viscometer and a capillary rheometer. **Rheologica Acta**, v.27, p. 546-54, 1998.

SOARES Jr, M.S., GROSSMANN, M.V.E, SILVA, R.S.S.F et al. Expansion and hydration properties of cassava starch extruded with emulsifier. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 2, n.1-2, p.57-61, 1999.

TERRA, P. Princípios teóricos e práticos na elaboração de snacks por extrusão termoplástica. In: **Processo de extrusão de alimentos: Aspectos tecnológicos para o desenvolvimento e produção de alimentos extrusados, para o consumo humano e animal**, Apostila..., Embrapa CTAA, Rio de Janeiro, 28 a 30 de agosto, 2007.

WENGER. Aquatic feeds systems. **Wenger Bulletin** AF201, 2001.

ZHENG, X., CHIANG, W.C., WANG, S.S. Effect of shear energy on size reduction of starch granules in extrusion. **Starch/Stärke**, v. 47, n.4, p. 146-51, 1995.

ZHENG, X., WANG S.S. Shear induced starch conversion during extrusion. **Journal of Food Science**, v. 59, n. 5, p. 1137-1143, 1994.

CAPÍTULO IV

DISCUSSÃO GERAL

Na Seção 1, foi apresentada a descrição do projeto de construção do reômetro capilar para caracterização dos ingredientes, e seu desenho técnico e respectivas cotas são apresentados no Anexo. O funcionamento do dispositivo foi satisfatório, e os resultados obtidos estiveram de acordo com os dados publicados por outros autores (Seção 2).

No entanto, conforme relatado na Seção 2, a ocorrência de valor negativo para o índice n do modelo da Lei da Potência foi inesperada, apesar de já ter sido relatada em condições similares (PADMANABHAN e BHATTACHARYA, 1991). Tal observação parece indicar a ocorrência de deslizamento do material junto à parede do capilar, o que contraria uma das assunções teóricas para este ensaio (DARBY 1976; STEFFE, 1996). A dificuldade de correção matemática deste efeito foi observada por outros autores (MACHEY et al., 1989; SINGH e SMITH, 1999), e no presente trabalho acarretou o descarte daquele tratamento (Seção 2).

O aço inoxidável utilizado para confeccionar os capilares apresentou rugosidade interna de $0,8 \mu\text{m}$ e não sofreu qualquer tratamento para sua alteração. O fenômeno de deslizamento do material na parede interna do capilar poderia ser minorada pelo aumento na tolerância da rugosidade do aço utilizado. A usinagem de ranhuras longitudinalmente ao longo da parede interna é prática comum na confecção de cilindros extrusores, com o objetivo de reduzir o escorregamento da massa sob extrusão (MILLER e MULVANEY, 2000; TERRA 2007). Esta prática poderia ser aplicada nos capilares e avaliada para este caso. Morgan et al. (1978) e Morita et al., (2005), que também construíram seus próprios reômetros capilares, não abordam este assunto.

O reômetro construído foi projetado para ser utilizado em conjunto com uma máquina universal de ensaios (MUE), para prover a força motriz para o deslocamento do pistão. O dimensionamento deste projeto contemplou o uso de uma MUE relativamente pequena, com curso de deslocamento do pistão máximo de $0,5 \text{ m}$, e assim, as dimensões do cilindro, pistão e matrizes do reômetro foram condicionadas a esta dimensão. Para projetos que disponham de MUE maior, recomenda-se o dimensionamento de reômetro que contemple matrizes com relação comprimento-diâmetro maiores que os apresentados aqui, principalmente para materiais menos viscosos (DARBY, 1976; RAUWENDAAL, 1994; STEFFE, 1996).

O experimento apresentado na Seção 4 avaliou o efeito isolado da taxa de cisalhamento sobre a viabilidade dos esporos. A variação da taxa de cisalhamento não alterou a mortalidade dos esporos. Estes dados estão coerentes quando comparados ao volume estimado de material submetido ao gradiente de velocidade ao longo do raio do capilar, que também não variou em função da taxa de cisalhamento (Seção 4).

Bulut et al. (1999) avaliaram o efeito de níveis crescentes de taxa de cisalhamento sobre a viabilidade de *Microbacterium lacticum*, termo-resistente, utilizando reômetro do tipo cône-placa. Estes autores observaram relação direta entre mortalidade microbiana, taxa de cisalhamento e tempo de processo. Porém, a característica do veículo utilizado, que foi uma suspensão de gelatina, com 65% de umidade, apresentou-se muito diferente do veículo utilizado no presente experimento (Seção 4). Aqueles autores citam que a suspensão apresentou-se com características de fluido newtoniano. Pode-se especular que possa ter havido difusão das células na suspensão durante o tratamento, sendo passíveis de migrarem para a zona de cisalhamento gerada pela rotação do cône. Isto explicaria o aumento da mortalidade em função do tempo e da taxa de cisalhamento, que é expressão da velocidade de rotação do cône. No presente experimento, devido à alta viscosidade da mistura utilizada e ao escoamento do tipo laminar previsto para a massa no interior do capilar, assume-se que a difusão dos esporos foi desprezível. As hipóteses aqui levantadas poderiam ser avaliadas refazendo os experimentos de viabilidade celular no reômetro utilizando-se materiais, como veículos dos esporos, com diferentes comportamentos de escoamento, que se espera traduzir em diferentes volumes sob gradiente de velocidade no interior do capilar.

Os esporos de *B. stearothermophilus* requerem procedimento especial que envolve aquecimento seguido de rápido resfriamento para germinar (ORSON e SORRELS, 1992). Esta necessidade se mostrou útil no desenvolvimento destes experimentos, visto que reduziu o risco de contaminação das placas de contagem por outros microorganismos, e a multiplicação do esporo durante armazenagem das amostras, o que resultaria em leituras errôneas após o tratamento.

As amostras de mistura de milho e soja utilizados nos experimentos das Seções 3, 4 e 6 foram submetidas à irradiação gama, na dose de 25 kGray, para redução da carga microbiológica. Esta dose é maior que aquela utilizada para controle microbiológico comercial

de cereais (informação verbal)³. Apesar de a irradiação não ter sido avaliada objetivamente, as amostras se mantiveram livres de sinais sensoriais de desenvolvimento microbiológico durante todo o período experimental. As contaminações das placas de contagem foram raras, e parecem estar mais relacionadas ao procedimento impróprio durante sua manipulação.

O experimento de avaliação dos parâmetros termo-bacteriológicos, apresentado na Seção 3, foi conduzido dentro das expectativas, exceto para as temperaturas acima de 130 °C. Devido ao conteúdo de água, óleo e amido da mistura milho-soja, o aquecimento acima desta temperatura resultou na formação de uma massa endurecida que não foi possível retirar do tubo TDT, impedindo sua correta diluição para posterior semeadura e contagem. Por analogia, esta massa endurecida observada no experimento da Seção 3, pode ser comparada ao fenômeno de complexação amido-lipídeo no experimento de extrusão a 140 °C, hipotetizado na Seção 5.

A indústria de alimentos para animais, como elo da cadeia produtiva de alimentos, também acompanha as imposições de qualidade e segurança alimentar exigida pelo consumidor e legislação vigente, já discutido no Capítulo I. As exigências sanitárias e o impacto do banimento do uso de aditivos químicos na ração de animais de produção têm demandado a busca por novas alternativas para o controle microbiológico dos ingredientes. A extrusão das rações é uma prática cada vez mais utilizada para este fim, e se observa tendência de aumento do calor e tempo de condicionamento da matéria-prima nas fábricas de ração (FRAIHA e BIAGI, 2007; FROESTSCHNER, 2006, ZIGGERS, 2004). O presente trabalho não considerou o processo de condicionamento da matéria-prima por calor (Seções 5 e 6). Porém, ao nível industrial, recomenda-se a avaliação da contribuição térmica deste processo na estimativa da letalidade microbiológica, baseadas no tempo de processo e parâmetros termobacteriológicos do microorganismo alvo.

Sabe-se que as configurações do cilindro e rosca das extrusoras industriais podem ser muito variáveis (TERRA, 2007), o que afeta os tempos mínimo e máximo de residência, a homogeneização da massa, o perfil de escoamento, e a geração de pressão e calor sobre a massa. Assim, os dados obtidos aqui apenas permitem deduções para guiar o estudo destas máquinas em diferentes configurações e parâmetros de operação.

Por fim, a estimativa da difusão do calor pela massa, via dissipação viscosa ou transferência pela parede do cilindro, é importante na avaliação do processo de extrusão sobre a

³ Informação fornecida por Dr. Paulo Rela, IPEN-USP, em São Paulo, em junho de 2007

viabilidade celular. Likinami et al. (1990) sugeriram uma metodologia para determinar a destruição de esporos bacterianos considerando apenas a temperatura da massa junto à parede do cilindro da extrusora de rosca simples. Os dados apresentados no presente trabalho indicam que o escoamento neste tipo de configuração é laminar, e a assunção de um tempo de residência em dada temperatura média pode gerar conclusões errôneas sobre a contribuição térmica para a redução da viabilidade celular.

CAPÍTULO V

CONCLUSÕES GERAIS

Com base nas condições experimentais descritas anteriormente, concluí-se que:

1. A tensão cisalhante afetou a viabilidade dos esporos, porém o nível de pressão estática sobre o material extrusado, gerado pela operação da extrusora, não afetou a viabilidade dos esporos de *Bacillus stearothermophilus*.

2. Calor e tensão cisalhante afetaram a viabilidade dos microorganismos.

3. A variação da taxa de cisalhamento pela variação da taxa de compressão da rosca influencia a viabilidade celular. Porém, a variação da taxa de cisalhamento pela variação da velocidade de rotação da rosca não afeta a viabilidade celular. Estas conclusões sugerem que o volume de ração contendo esporos submetidos ao gradiente de velocidade, durante o escoamento pelo canal da rosca, permaneceu inalterado no último caso, o que resultou no mesmo percentual de esporos submetidos à tensão cisalhante.

4. Observou-se interação entre a temperatura da massa e o diâmetro interno da matriz sobre a viabilidade celular. O modo como esta interação afeta a viabilidade celular não foi esclarecido.

SUGESTÕES PARA DESENVOLVIMENTOS FUTUROS

1. Uma das suposições básicas da técnica da reometria capilar é a ausência de deslizamento do fluido na parede da matriz capilar, pressuposto este que nem sempre se confirma. A hipótese de que a alteração do coeficiente de atrito na parede interna do capilar, através da alteração da tolerância de rugosidade ou usinagem de ranhuras, possa minimizar a ocorrência de tal deslizamento merece avaliação.
2. As características reológicas dos alimentos e sua interação com a máquina processadora influenciam variáveis como a demanda energética do processo, produtividade, tempo de residência e parâmetros funcionais do produto. Na indústria de rações, aquelas características são manipuladas empiricamente pela adição de calor e água ao sistema. A caracterização reológica dos ingredientes para consumo animal nas condições de processos utilizados na indústria de rações ainda é uma área pouco explorada.
3. As máquinas extrusoras podem ser muito diferentes em termos de configuração e parâmetros de operação, ainda que para uma mesma aplicação industrial. Alterações das configurações do conjunto cilindro-rosca e de pré-condicionamento podem alterar dramaticamente os parâmetros de operação e as propriedades funcionais dos extrusados. Um estudo do perfil do processo de extrusão na indústria brasileira seria importante para guiar o planejamento de novas pesquisas.
4. Muitos estudos de extrusão, com o objetivo de avaliar cozimento de alimentos ou mesmo redução microbiológica, consideram apenas a temperatura da parede do cilindro e não avaliam a temperatura da massa. No presente trabalho, foi demonstrada a ocorrência de gradiente de temperatura na massa, e a suposição de homogeneidade de temperatura não é razoável. Assim, a modelagem da transferência de calor à massa sob escoamento pode resultar em conclusões mais precisas acerca dos seus efeitos sobre as variáveis estudadas.
5. No presente trabalho, a tensão cisalhante reduziu a viabilidade de esporos bacterianos, e cogitou-se que tal redução esteja associada a sua ruptura estrutural. Esta hipótese não pôde ser confirmada, visto que o veículo de milho e soja produziu artefatos à microscopia, impossibilitando sua diferenciação de possíveis células danificadas. Ainda assim, em novas avaliações, recomenda-se a aplicação da mesma técnica de microscopia aqui utilizada, porém fazendo uso de veículo para os esporos que minimizem a ocorrência de artefatos à microscopia eletrônica.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVAREZ-MARTINEZ, L., KONDURY, K.P. e HARPER, J.M. A general model for expansion of extruded products. **Journal of Food Science**, v. 53, n. 2, p. 609-15, 1988.

ALVIM, I. D. **Efeito da extrusão termoplástica sobre propriedades funcionais e nutricionais de farinhas à base de milho, caseína e derivados de levedura**. 2001. 104p., Dissertação (Mestrado Engenharia de Alimentos), Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas, 2001.

ANDERSON, R.A, CONWAY, H.F, PFEIFER, V.F, GRIFFIN, E.L. Gelatinization of corn grits by roll- an extrusion-cooking. **Cereal Science Today**, v. 14, n. 1, p. 4-11, 1969.

AOAC. **Official methods of analysis**. 14 ed., ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS :Washington, DC, 1984. 1141p.

ASAE. Method of determining and expressing fineness of feed materials by sieving. ANSI/ASAE S319.3. In: **Agricultural Engineers Yearbook of Standard**. St. Joseph: ASAE, 51 ed., 2004. p.578-81.

ASCHERI, J.L.R. Princípios da produção de snaks de terceira geração por extrusão. In: **Processo de extrusão de alimentos: Aspectos tecnológicos para o desenvolvimento e produção de alimentos extrusados, para o consumo humano e animal**, Apostila..., Embrapa CTAA, Rio de Janeiro, 28 a 30 de agosto, 2007a.

ASCHERI, J.L.R. Extrusão termoplástica de amidos e produtos amiláceos. In: **Processo de extrusão de alimentos: Aspectos tecnológicos para o desenvolvimento e produção de alimentos extrusados, para o consumo humano e animal**, Apostila..., Embrapa CTAA, Rio de Janeiro, 28 a 30 de agosto, 2007b.

BANWART, G.J. **Basic food microbiology**. Chapman & Hall, Nova Iorque, 1989. 765p.

BEARMAN, T.C., GREENAMYRE, J.T., CORNER, T.R. et al. Bacterial spore heat resistance correlated with water content, wet density, and protoplast/sporoplast volume ratio. **Journal of Bacteriology**, v.150, n.2, p. 870-7, 1982.

BENITO, A., MAKEY, B. Strain differences in resistance to high pressure and mild heat in isolates of Escherichia coli O157. In: LUDWIG, H. **Advances in high pressure bioscience and biotechnology, Proceedings of the International Conference on High Pressure Bioscience and Biotechnology**, Springer: Heidelberg, 1999. p.35-38.

BHATNAGAR, S. e HANNA, M.A. Amylose-lipid complex formation during single-screw extrusion of various corn starches. **Cereal Chemistry**, v. 71, n. 6, p. 583-7, 1994a.

BJORCK, I., ASP, N. G. The effects of extrusion cooking on nutritional value: a literature review. In: JOWITT, R.(Ed.). **Extrusion Cooking Technology**. Londres:Elsevier, 1984. p. 181-208.

BLACK, S.H. e GERHARDT, P. Permeability of bacterial spores: III. Permeation relative to germination. **Journal of Bacteriology**, v. 83, n.2, p. 301-8, 1962.

BOREJSZO, Z., KHAN, K. Reduction of flatulence-causing sugars by high temperature extrusion of pinto bean high starch fractions. **Journal of Food Science**, v. 57, n. 3, p. 771-77, 1992.

BOUVERESSE, J.A., CERF, O, GUILBERT, S. CHEFTEL, J.C. Influence of extrusion cooking on the thermal destruction of Bacillus stearothermophilus spores in a starch-protein-sucrose mix. **Lebensm.-Wiss. u. -Technol**, v. 15, p. 135-38, 1982.

BRENT, J. Principles of extrusion cooking technology: single and Twin-screw extruders. In: CHANG, Y.K., WANG, S.S. (Ed.). **Advances in extrusion technology, aquaculture/animal feeds and foods**, Pensilvania:Technomic, 1999. p. 73-83.

BREUILLET, C., YILDIZ, E., CUQ, B., KOKINI, J. Study of the anomalous capillary Bagley factor behavior of three types of wheat flour doughs at two moisture contents. **Journal of Texture Studies**, v.33, p.315-340, 2002.

BRUIN, S., VAN ZUILICHEM, D.J., STOLP, W. Extrusion of biopolymers in a single-screw extruder. **Journal of Food Processing Engineering**, n.2, p. 1-37. 1978.

BULUT, S., WAITES, W.M., MITCHELL, J.R. Effects of combined shear and thermal forces on destruction of *Microbacterium lacticum*. **Applied Environmental Microbiology**, v.65, n.10, p.4464-69, 1999.

CAMIRE, M.E. Chemical and nutritional changes in food during extrusion. RIAZ, M.N. (ed), **Extruders in Food Applications**, CRC Press: Boca Raton, 2000. p. 127-148.

CAMPOS, F. P., DOSUALDO, G.L. e CRISTIANINI, M. Utilização de tecnologia de alta pressão no processamento de alimentos. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 6, n. 2, p. 351-7, 2003.

CARDOSO FILHO, N. **Efeito de algumas variáveis do processo de extrusão nas características funcionais e nutricionais da farinha de feijão comum**. 1993. 128p. Dissertação (Mestrado Engenharia de Alimentos), Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas, 1993.

CARVALHO, C.W.P. Extrusão de alimentos: do conhecimento científico à aplicação tecnológica. In: **Processo de extrusão de alimentos: Aspectos tecnológicos para o desenvolvimento e produção de alimentos extrusados, para o consumo humano e animal**, Apostila..., Embrapa CTAA, Rio de Janeiro, 28 a 30 de agosto, 2007.

CESPEDES, M. A. L. **Otimização do processo de extrusão da polpa de laranja: modificação das propriedades funcionais e sua aplicação como fonte de fibra alimentar**. 1999. 163 p., Tese (Doutorado Engenharia de Alimentos), Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas, 1999.

DARBY, R. **Viscoelastic fluids, an introduction to their properties and behavior**. Nova Iorque:Marcel Dekker, 1979. 638p.

DEPIERI, M. **Desenvolvimento de pastas alimentícias instantâneas por processo de extrusão termoplástica**: Influência do tipo de trigo, teor de emulsificantes e parâmetros do processo na qualidade do produto. 2004. 133p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, 2004.

EERIKAINEN, T., LINKO, P. Extrusion cooking modeling, control and optimization. In: MERCIER, C. (ed), **Extrusion Cooking**, American Association of Cereal Chemists: Minnesota, 1998. p.157-204.

ESSEGHIR, M. e SERNAS, V. Experiments on a single-screw extruder with a deep and highly curved screw channel. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V. (ed), **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed.: Nova Iorque, 1992. p. 21- 40.

FABBRO, I.M.D; CREN, E.C.; LINO; A.C. et al. **Propriedades físicas e mecânicas de materiais bilógicos**, 1 ed., Lavras: UFLA, 2002. 45 p.

FEEHERRY, F., MUNSEY, D. e ROWLEY, D. B. Termal inactivation and injury of *Bacillus stearothermophilus* spores. **Applied Environmental Microbiology**, v.53, n.2, p.365-70, 1987.

FERRAZ, A.C., FRAIHA, M e BIAGI, J.D. Desempenho energético na produção de alimentos extrusados para animais. In: **Congresso Latino-Americano de nutrição animal**, 2, 2006, São Paulo, Anais ..., Campinas:Colégio Brasileiro de Nutrição Animal, 2006. CD ROM

FOEGEDING, P.M., RAY, B. Repair and detection of injured microorganisms. In: VANDERZANT, C., SPLITTSTOESSER, D.F.(ed), **Compendium of methods for the microbiological examination of foods**. 3 ed., American Public Health Association: Washington, 1992. p.121-34.

FRAIHA, M., BIAGI, J.D. Processamento de alimentos para animais jovens, In: **Congresso Internacional sobre nutrição animal e alimentos seguros**, 2007, Campinas. Anais..., Campinas:CBNA, 2007. p. 81-100.

FROESTSCHNER, J. Current issues in feed manufacturing: (IV). Frontiers in feed manufacturing. **FeedTech**, v.10, n.9, p. 21-3, 2006.

GOLAPAKRISHNA, S. e JALURIA, Y. Modeling of starch gelatinization in a single-screw extruder. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V. (ed), **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed.: Nova Iorque, 1992. p. 3-20.

GUZMAN, L.B., LEE, T.C., e CHICHESTER, C.O. Lipid binding during extrusion cooking. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V. (ed), **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed.: Nova Iorque, 1992. p. 427-436.

HALEK, G.W., e CHANG, K.L.B. Effect of extrusion operation variables on functionality of extrudates. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V. (ed), **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed.: Nova Iorque, 1992. p. 677-691.

HARMANN, D.V., HARPER, J.M. Modeling a forming foods extruder. **Journal of Food Science**, v. 39, p. 1099-104, 1974.

HARPER, J.M. **Extrusion of foods**. CRC Press: Boca Raton, 1981.

HARPER, J.M. Instrumentation for extrusion processes. In: MERCIER, C., LINKO, P., HARPER, J.M. (ed), **Extrusion Cooking**, American Association of Cereal Chemists: St Paul, 1989. p39-56.

HARPER, J.M. A comparative analysis of single- and twin-screw extruders. In: KOKINI, J.L., HO, C.T., KARWE, M.V. (ed), **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed.: Nova Iorque, 1992. p.139-48.

HARPER, J.M. Food extruders and their applications. In: MERCIER, C., LINKO, P., HARPER, J.M.(ed), **Extrusion Cooking**, American Association of Cereal Chemists: St Paul, 1998. p1-16.

HARPER, J.M. e TRIBELHORN, R.E. Expansion of native cereal starch extrudates. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V. (ed), **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed.: Nova Iorque, 1992. p. 653- 667.

HAUBEN, K. et al. Multiple stress resistance in pressure resistant *Escherichia coli* mutants. In: LUDWIG, H.(ed), **Advances in high pressure bioscience and biotechnology, Proceedings of the International Conference on High Pressure Bioscience and Biotechnology**, Springer: Heidelberg, 1999. p.31-34.

HAYAKAWA, I., KANNO, T., TOMITA, M. et al. Application of high pressure for spore inactivation and protein denaturation. **Journal of Food Science**, v. 59, n. 1, p. 159-63, 1994.

HO, C.T. e IZZO, M.T. Lipid-protein and lipid-carbohydrate interactions during extrusion. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V. (ed), **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed.: Nova Iorque, 1992. p. 415-425.

HOUT, R.V.D., JONKERS, J. VLIET, V.T. et al. Influence of extrusion shear forces on the inactivation of trypsin inhibitors in soy flour. **Trans IChemE**, v. 76, c, 155-61, 1998.

IWAHASHI, K. et al., Neutral trehalases contribute to barotolerance in *Saccharomyces cerevisiae*, In: LUDWIG, H. **Advances in high pressure bioscience and biotechnology, Proceedings of the International Conference on High Pressure Bioscience and Biotechnology**, Springer, Heidelberg, 1999. p.69-72.

JACKIX, M.N.H. **Desenvolvimento de produtos protéicos de tremçoço doce (*Lupinus albus* L.) por extrusão termoplástica: Influência das variáveis de processo nas propriedades funcionais**. 1989. 142p., Tese (Doutorado Engenharia de Alimentos), Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas, 1989.

JAO, Y.C. e CHEN, A.H. Engineering analysis of soy dough rheology in extrusion. **Journal of Food Processing Engineering**, v. 2, p. 97-112, 1978.

JANSSEN, L.P.B.M. Engineering aspects of food extrusion. In: MERCIER, C., LINKO, P., HARPER, J.M. (ed), **Extrusion Cooking**, American Association of Cereal Chemists: St Paul, 1989. p17-38.

JASBERG, B.K. MUSTAKAS, G.C., BAGLEY, E.B. Effect of extruder retention time on capillary flow of soy dough. **Journal of Food Processing Engineering**, v. 5, 43-56, 1981.

KAUFFMAN, K.B.; HATCH, R.T. Shear effects on cell viability during extrusion of semi-moist foods. **Journal of Food Science**, v. 42, n. 4, p. 906-10, 1977.

KELLEY, T.R., WALKER, P.M. Bacterial concentration reduction of food waste amended animal feed using a single-screw dry-extrusion process. **Bioresource Technology**, v. 67, p. 247-53, 1999.

KELLEY, T.R., WALKER, P.M. Bacterial concentration reduction in swine waste amended livestock feed using a single-screw dry-extrusion process. **Bioresource Technology**, v. 75, p. 189-95, 2000.

KITABATAKE, N. e DOI, E. Denaturation and texturization of food protein by extrusion cooking. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V. (ed), **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed.: Nova Iorque, 1992. p. 361-371.

KOKINI, J.F., CHANG, C.N., e LAI, L.S. The role of rheological properties on extrudate expansion. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V. (ed), **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed.: Nova Iorque, 1992. p. 631-652.

KREIL, D.P. e OUZOUNIS, C.A. Identification of thermophilic species by the amino acid compositions deduced from their genomes. **Nucleic Acids Research**, v. 29, n. 7, p. 1609-15, 2001.

KUMAR, S. e NUSSINOV, R. How do thermophilic proteins deal with heat? **Cellular and Molecular Life Sciences**, v.58, 1217-33, 2001.

LEVINE, L. Scaleup, experimentation and data evaluation. In: MERCIER, C., LINKO, P., HARPER, J.M. (ed), **Extrusion Cooking**, American Association of Cereal Chemists: St Paul, 1989. p57-90.

LIKINAMI, T.A; SOFOS, J.N. Bacterial spore injury during extrusion cooking of corn/soybean mixtures. **International Journal of Food Microbiology**, v. 11, p. 243-50, 1990.

LIKINAMI, T.A. SOFOS, J.N. MAGA, J.A et al. Methodology to determine destruction of bacterial spores during extrusion cooking. **Journal of Food Science**, v. 55, n. 5, p. 1388-93, 1990.

LINKO, P., LINKO, Y. Extrusion Cooking and Bioconversions. In: JOWITT, R.(Ed.). **Extrusion Cooking Technology**; Londres:Elsevier, 1984. p.143-157

LEITÃO, M.F.F., JUNQUEIRA, V.C.A. Microbiologia Aplicada à esterilização de alimentos. In: GERMER, S.P.M. et al., **Princípios de esterilização de alimentos**, manual técnico 10, 2 ed., ITAL: Campinas, p. 3-22, 1995.

LETRARI, J., LIMA, H.O.S, VANIN, M. Esterilização térmica e parâmetros de morte microbiana do *Bacillus stearothermophilus* ATCC 7953. In: **IV ENTEC e II Workshop da UTFPR, Anais...** Campo Mourão, 7 a 10 de novembro, 2006.

LIKINAMI, T.A. SOFOS, J.N. MAGA, J.A et al. Methodology to determine destruction of bacterial spores during extrusion cooking. **Journal of Food Science**, v. 55, n. 5, p. 1388-93, 1990.

LILLIEFORE, H.W. On the Kolmogorov-Smirnov Test for Normality with mean and variance unknown. **Journal of the American Statistical Association**, v. 62, p. 399-402, 1967.

MACKEY, K., OFOLI, R.Y., MORGAN, R.G, STEFFE, J.F. Rheological modeling of potato flour during extrusion cooking, **Journal of Food Processing Engineering**, v. 12, p.1-11, 1989.

MALUF, R.S, MENEZES, F., VALENTE, F.L. Contribuição ao tema de segurança alimentar no Brasil. **Revista Cadernos de Debate**, Núcleo de Estudos e Pesquisas em Alimentação, Unicamp, v. 4, p.66-88, 1996.

MAZZOLA, P.G. et al., Determination of decimal reduction time (D value) of chemical agents used in hospitals for disinfection purposes, **BMC Infectious Diseases**, v. 3, p. 24-34, 2003.

MILLER, R.C; MULVANEY, S. Unit Operations and equipment: IV. Extrusion and extruders, In: FAST, R.; CALDWELL, E. (ed), **Breakfast Cereals and how they are made**, 2ed., American Association of Cereal Chemists: Minnesota, 2000. p. 215-278.

BRASIL, MINISTÉRIO DA AGRICULTURA. Instrução Normativa n. 15. **Diário Oficial da União**, n. 211, 30 de outubro de 2003.

MITCHELL, J.R.e AREAS, J.A.G. Structural changes in biopolymers during extrusion. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V. (ed), **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed.: Nova Iorque, 1992. p. 345-360.

MITTAL, P.; LAWRIE, R.A. Extrusion studies of mixtures containing certain meat offals: Part 1 – Objective properties. **Meat Science**, v. 10, p.101-16, 1984.

MITTAL, P.; LAWRIE, R.A. Extrusion studies of mixtures containing certain meat offals: Part 2 – Textural properties. **Meat Science**, v. 16, p.143-60, 1986.

MORITA, A., TOMA, M.S. DE PAOLI, M.A. Módulo de reometria capilar e auto-reforçamento de baixo custo. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, vol. 15, n. 1, p.68-72, 2005.

MORGAN, R.G., SUTER, D.A., SWEAT, V.E. Design and modeling of a capillary food extruder. **Journal of Food Processing Engineering**, v.2, p. 65-81, 1978.

NIVEN, G.W., MAKEY, B. Robosome analysis in vivo by differential scanning calorimetry: the effects of high pressure on Escherichia coli. In: LUDWIG, H.(ed), **Advances in high pressure bioscience and biotechnology, Proceedings of the International Conference on High Pressure Bioscience and Biotechnology**, Springer: Heidelberg, 1999. p.43-46.

ORGANIZAÇÃO MUNDIAL DA SAÚDE, Food safety and foodborne illness, **Fact Sheet 237**, WHO Media Centre, 2002.

OKELO, P.O., WAGNER, D.D., CARR, L.E. et al. Optimization of extrusion conditions for elimination of mesophilic bacteria during thermal processing of animal feed mash. **Animal Feed Science and Technology**, v. 129, p. 116-37, 2006.

ORSON, K.E., SORRELS, K.M. Thermophilic Anaerobic Sporeformers. In: VANDERZANT, C., SPLITTSTOESSER, D.F. **Compendium of methods for the microbiological examination of foods**. 3 ed., American Public Health Association: Washington, 1992. p. 245-8

PADMANABHAN, M., e BHATTACHARYA, M. Analysis of pressure drop in extruder dies. **Journal of Food Science**, v. 54, n. 3, p. 709-13, 1989.

PAQUIN, P., GIASSEN, J., VACHON, J.F., FLISS, I. **Inactivation of food spoilage and pathogenic microorganisms by dynamic high pressure**. U.S. Patent No. 09926622, 2002.

PENNA, T.C.V, MACHOSHVILI, I.A. Esterilização térmica: Conceitos básicos da morte microbiana. **Revista Farmácia Bioquímica Univ. São Paulo**, sup. 1, 1-5, 1997.

PERRIER-CORNET, J.M., HAYERT, M., SAURAT, E. et al. Interaction between osmotic and hydrostatic pressure in yeast inactivation. In: LUDWIG, H. (ed). **Advances in high pressure bioscience and biotechnology, Proceedings of the International Conference on High Pressure Bioscience and Biotechnology**, Springer: Heidelberg, 1999. p.27-30.

PINHO, C. e CRISITANINI, M. Three-dimensional mathematical modeling of microbiological destruction of *Bacillus stearothermophilus* in conductive baby food packed in glass container. **International Journal of Food Engineering**, v. 1, n. 2, 2005.

QUÉGUINER, C., DUMAY, E., CAVALIER, C. et al. Reduction of *Streptococcus thermophilus* in a whey protein isolate by low moisture extrusion cooking without loss of functional properties. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 24, p. 601-12, 1989.

RAMASWAMY, H. e MARCOTTE, M. **Food processing, principles and applications**. Taylor e Francis: Boca Raton, 2006. 417p.

RAO, M.A., ANANTHESWARAN, R.C. Rheology of fluids in food processing. **Food Technology**, Fevereiro, 1982.

RAO, V.N.M, Classification, description and measurement of viscoelastic properties of solid foods. In: RAO, V.M.A, STEFFE, J.F. (Ed.) **Viscoelastic properties of foods**, Londres:Elsevier, 1992. p. 3-48.

RAUWENDAAL, C. **Polymer extrusion**. 3 ed., Hanser Gardner Publishers: Nova Iorque, 1994. 568 p.

REMSEN, C.H., CLARK, J.P. A viscosity model for a cooking dough. **Journal of Food Processing Engineering**, v. 2, p. 39-64, 1978.

RIAZ, M.N. Introduction to extruders and their principles. In: RIAZ, M.N. (ed), **Extruders in Food Applications**, CRC Press: Boca Raton, 2000a. p. 1-24.

RIAZ, M.N. Practical considerations in extrusion processing. RIAZ, M.N. (ed), **Extruders in Food Applications**, CRC Press: Boca Raton, 2000b. p. 149-166.

RIAZ, M.N. Selección del extrusor correcto. In: GUY, R. (ed), **Extrusión de los alimentos**, Acirbia: Zaragoza, 2001. p.29-50.

ROKEY, G.J. Single-screw extruders. In: RIAZ, M.N. (ed), **Extruders in Food Applications**, CRC Press: Boca Raton, 2000. p. 25-50.

ROUT R.V.D, JONKERS, J., VLIET, T.V. et al. Influence of extrusion shear forces on the inactivation of trypsin inhibitors in soy flour. **Trans IChemE**, vol. 76, c, p.155-61, 1998.

SEGNER, W.P, FRAZIER, W.C., CALBERT, H.E. Thermal inactivation of heat-resistant bacterial spores in milk concentrate at ultra-high temperatures. **Journal of Dairy Science**, v.46, n. 9, p. 891-6, 1963.

SENOUCI, A. e SMITH, A.C. An experimental study of food melt rheology: I. Shear viscosity using a slit die viscometer and a capillary rheometer. **Rheologica Acta**, v.27, p. 546-54, 1998.

SHIAU, S.Y. Effects of emulsifiers on dough rheological properties and the texture of extruded noodles. **Journal of Texture Studies**, v.35, p.93-110, 2004.

SINDIRAÇÕES, **Perfil** **2007**, disponível em <<http://www.sindiracoes.org.br/imagens/UserFiles/Image/Sindiraes/Perfil/Perfil_2006_2E_Produtc_Bras_15.gif>>, acessado em dez/2007.

SINGH, N., SMITH, A.C. Rheological behavior of different cereals using capillary rheometry. **Journal of Food Engineering**, v. 39, p. 203-09, 1999.

SMITH, A.C. Studies on the physical structure of starch-based materials in the extrusion cooking process. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V. (ed), **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed.: Nova Iorque, 1992. p. 573-618.

SOARES Jr, M.S., GROSSMANN, M.V.E, SILVA, R.S.S.F et al. Expansion and hydration properties of cassava starch extruded with emulsifier. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 2, n.1-2, p.57-61, 1999.

SPLITTSTOESSER, D.F. Direct microscopic count. In: VANDERZANT, C., SPLITTSTOESSER, D.F. (ed), **Compendium of methods for the examination of foods**, 3 ed., American Public Health Association: Washington, p.97-104, 1992.

SRIBURI, P., HILL, S.E., BARCLAY, F. Depolymerization of cassava starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 38, n. 3, p. 211-18, 1999.

STEFFE, J.F. **Rheological methods in food process engineering**. 2 ed., Freeman Press: East Lansing, 1996. 417 p.

STRAHM B., PLATTNER B.; HUBER G., ROKEY G. Application of food polymer science and capillary rheometry in evaluating complex extruded products. **Cereal Foods World**, vol. 45, n. 7, p. 300-302, 2000.

STRAUSS, G., GIBSON, S.M., e ADACHI, J.D. Molecular restructuring and complexation during extrusion of cornmeal. In: KOKINI, J.L., HO, C.T. e KARWE, M.V. (ed), **Food extrusion science and technology**, Marcel Dekker Ed.: Nova Iorque, 1992. p. 437- 448.

STUMBO, C.R. **Thermobacteriology in Food Processing**. Academic Press: Nova Iorque, 1965. 236p.

TERRA, P. Princípios teóricos e práticos na elaboração de snacks por extrusão termoplástica. In: **Processo de extrusão de alimentos: Aspectos tecnológicos para o desenvolvimento e produção de alimentos extrusados, para o consumo humano e animal**, Apostila..., Embrapa CTAA, Rio de Janeiro, 28 a 30 de agosto, 2007.

WANG, S.M. et al. Rheological behaviour of wheat flour dough in twin-screw extrusion cooking, **International Journal of Food Science and Technology**, v.25, p. 129-39, 1990.

WENGER. Aquatic feeds systems. **Wenger Bulletin AF201**, 2001.

YU, S.S., ANL, Y. On-line measurements of rheological properties of wheat flour extrudates with oxido-reductants, acid and alkali. **Journal of Food Engineering**, v.62, n.2, p.193-202, 2004.

ZHENG, X., WANG S.S. Shear induced starch conversion during extrusion. **Journal of Food Science**, v. 59, n. 5, p. 1137-1143, 1994.

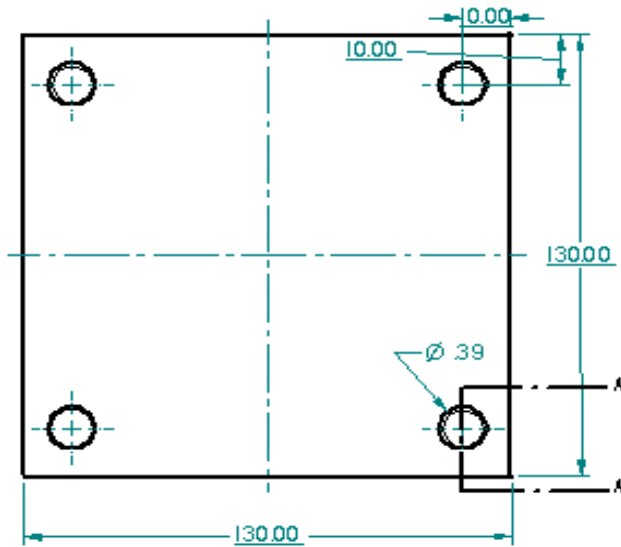
ZHENG, X., CHIANG, W.C., WANG, S.S. Effect of shear energy on size reduction of starch granules in extrusion. **Starch/Stärke**, v. 47, n.4, p. 146-51, 1995.

ZHENG, X., WANG S.S. Shear induced starch conversion during extrusion. **Journal of Food Science**, v. 59, n. 5, p. 1137-1143, 1994.

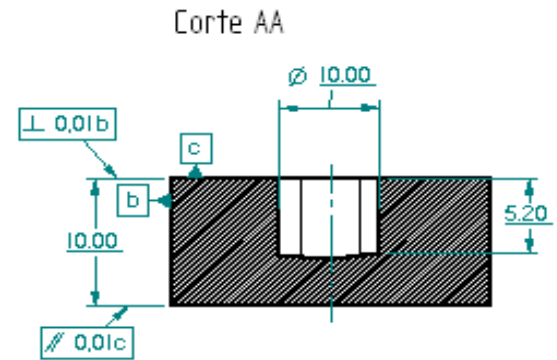
ZIGGERS, D. Slow conditioning beats double pelleting. **FeedTech**, v.8, n.8, 2004.

ANEXO I
DESENHOS TÉCNICOS DO REÔMETRO CAPILAR

SUPORTE INFERIOR



ESCALA 1:2



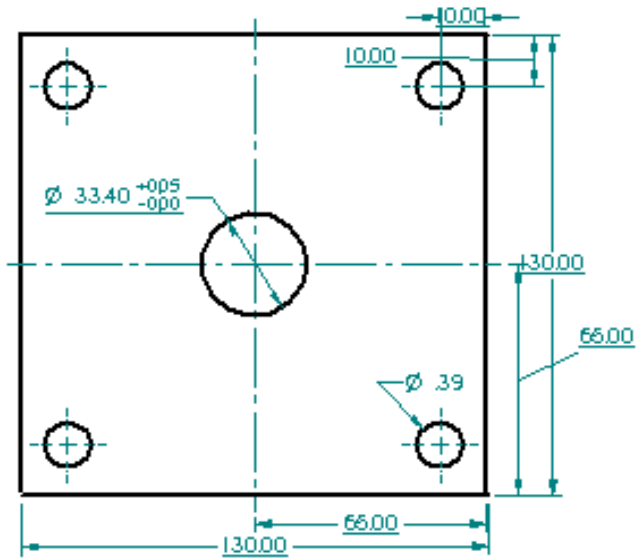
ESCALA 1,5:1

Cotas em mm

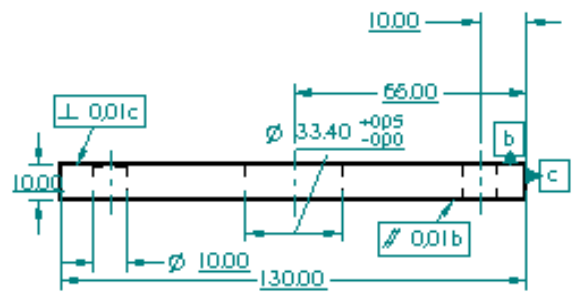
Tolerâncias de paralelismo, perpendicularidade e coaxialidade = 1/100

Peça em aço comum 1020

SUPORTE SUPERIOR



ESCALA 1:2



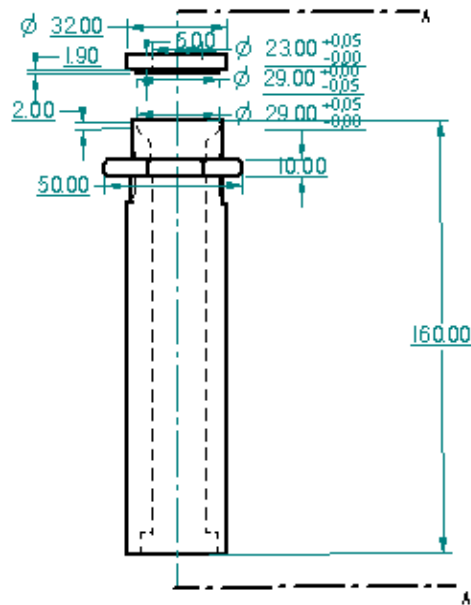
ESCALA 1:2

Cotas em mm

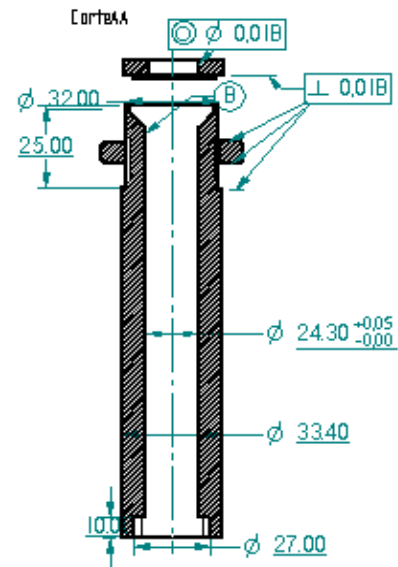
Tolerâncias de paralelismo, perpendicularidade e coaxialidade = 1/100

Peça em aço comum 1020

CILINDRO, ROSCA DE SUSTENTAÇÃO E ANEL DE VEDAÇÃO

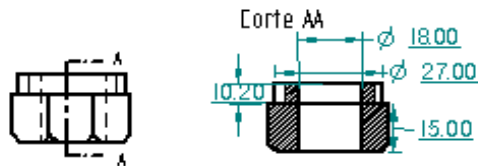


ESCALA 1:3



ESCALA 1:3

SUPORTE DA MATRIZ



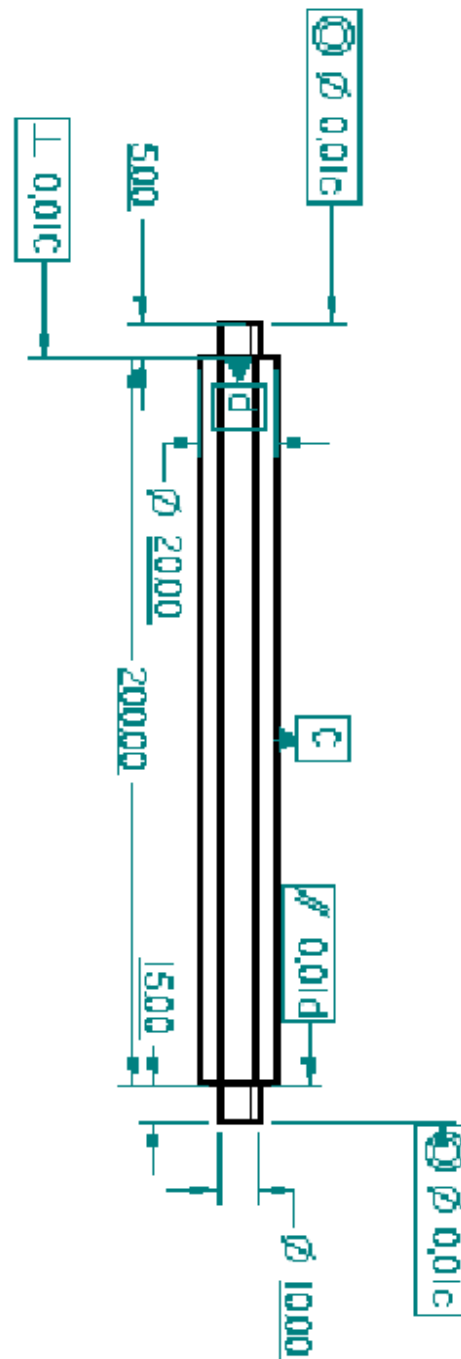
ESCALA 1:3

Cotas em mm, Tolerâncias de paralelismo, perpendicularidade e coaxialidade = 1/100

Cilindro e anel de vedação em aço inox 304

Suporte da matriz e rosca de sustentação em aço comum 1020

4 HASTES SEXTAVADAS COM EXTREMIDADES ROSQUEÁVEIS



ESCALA 1:2; Cotas em mm; Tolerâncias de paralelismo, perpendicularidade e coaxialidade = 1/100

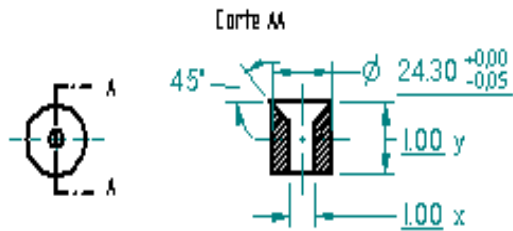
Peças em aço comum 1020

JOGO DE MATRIZES E PISTÃO

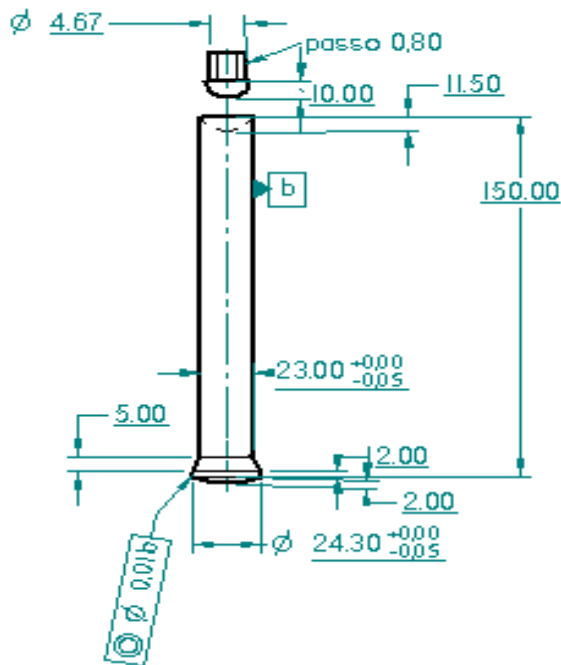
Tabela de dimensões das matrizes

Matriz	x	y
6-0	6,00	9,50
4-0	4,00	10,24
3-0	3,00	10,74
6L	6,00	69,30
6M	6,00	49,50
6C	6,00	33,60
4	4,00	50,30
3L	3,00	50,60
3M	3,00	40,60

L,M,C - longa, média e curta



ESCALA 1:3



ESCALA 1:3

Cotas em mm; Tolerâncias de paralelismo, perpendicularidade e coaxialidade = 1/100

Peças em aço inox 304

ANEXO II
DADOS EXPERIMENTAIS

Tabela 1. Densidade real da mistura milho e soja pelo método de Arquimedes (Seção II)

amostra	massa (g)	Vi (mL)	Vf (mL)	Vr (mL)	massa/Vr (g/ml)
A	9,07	60	67,5	7,5	1,21
A	9,33	60	67,9	7,9	1,18
A	9,23	60	67,4	7,4	1,25
A	10,35	60	68	8	1,29
A	9,2	60	67,5	7,5	1,23
A	9,53	60	67,9	7,9	1,21
A	8,8	60	67,4	7,4	1,19
A	10	60	68	8	1,25
A	9,83	60	68	8	1,23
A	9,27	60	67,5	7,5	1,24
A	9,65	60	67,9	7,9	1,22

Vi - volume inicial

Vf - volume final

Vr- variação de volume

Tabela 2a.Dados para estimativas da taxa de cisalhamento e tensão cisalhante na matriz capilar do reômetro (Seção II)

VP (m/s)	Qc (m ³ /s)	Dc (m)	Lc (m)	[32Qc]/[πD_c^3] (1/s)	U (%)	T (°C)	Pa (Pa)	Matriz 0	ΔP_b (Pa)	Pen (Pa)	ΔP_c (Pa)	Tens Cis (Pa)
0,0004	1,85508E-07	0,00396	0,04015996	30,42824944	26,5	80	4524317,2	4-0 0,4	2576171,1	1948146,1	1846821,1	45526,8
0,0004	1,85508E-07	0,00396	0,04015996	30,42824944	26,5	80	4554978,3	4-0 0,4	2618462,3	1936516	1835191	45240,1
0,0004	1,85508E-07	0,00296	0,03996000	72,85970229	26,5	80	4369954,1	3-0 0,4	2593299	1776655,1	1675330,1	31024,6
0,0004	1,85508E-07	0,00296	0,03996000	72,85970229	26,5	80	4364456,3	3-0 0,4	2612330,1	1752126,2	1650801,2	30570,4
0,004	1,85508E-06	0,00396	0,04015996	304,2824944	26,5	80	6070062,1	4-0 4	4515647,5	1554414,6	1453089,6	35820,7
0,004	1,85508E-06	0,00396	0,04015996	304,2824944	26,5	80	6497203,7	4-0 4	4661975,2	1835228,5	1733903,5	42743,2
0,004	1,85508E-06	0,00296	0,02996000	728,5970229	26,5	80	9244654,3	3-0 4	5685634,7	3559019,6	3457694,6	85403,7
0,004	1,85508E-06	0,00296	0,02996000	728,5970229	26,5	80	9494807	3-0 4	5881654,6	3613152,4	3511827,4	86740,7
0,0004	1,85508E-07	0,00396	0,04015996	30,42824944	26,5	120	4358112,6	4-0 0,4	2682533,5	1675579,1	1574254,1	38807,6
0,0004	1,85508E-07	0,00396	0,04015996	30,42824944	26,5	120	4482871,8	4-0 0,4	2915769,8	1567102	1465777	36133,5
0,0004	1,85508E-07	0,00296	0,03996000	72,85970229	26,5	120	4742962,9	3-0 0,4	2622480	2120482,9	2019157,9	37391,8
0,0004	1,85508E-07	0,00296	0,03996000	72,85970229	26,5	120	4967106,5	3-0 0,4	3160213,1	1806893,4	1705568,4	31584,6
0,004	1,85508E-06	0,00396	0,04015996	304,2824944	26,5	120	5396151,2	4-0 4	3689065,1	1707086	1605761	39584,3
0,004	1,85508E-06	0,00396	0,04015996	304,2824944	26,5	120	5873407,8	4-0 4	3044969,5	2828438,3	2727113,3	67227,2
0,004	1,85508E-06	0,00296	0,02996000	728,5970229	26,5	120	6075137,1	3-0 4	3742775	2332362,1	2231037,1	55105,7
0,004	1,85508E-06	0,00296	0,02996000	728,5970229	26,5	120	6343475	3-0 4	4333160,8	2010314,2	1908989,2	47151,3
0,0004	1,85508E-07	0,00396	0,04015996	30,42824944	26,5	160	4863493	4-0 0,4	3608077,4	1255415,6	1154090,6	28450,0
0,0004	1,85508E-07	0,00396	0,04015996	30,42824944	26,5	160	4969221,1	4-0 0,4	3634720,9	1334500,2	1233175,2	30399,5
0,0004	1,85508E-07	0,00296	0,03996000	72,85970229	26,5	160	5349842,2	3-0 0,4	3877472,6	1472369,6	1371044,6	25389,7
0,0004	1,85508E-07	0,00296	0,03996000	72,85970229	26,5	160	5963065,3	3-0 0,4	3895657,9	2067407,4	1966082,4	36408,9
0,004	1,85508E-06	0,00396	0,04015996	304,2824944	26,5	160	6195667,1	4-0 4	3846177,1	2349490	2248165	55420,5
0,004	1,85508E-06	0,00396	0,04015996	304,2824944	26,5	160	6682016,4	4-0 4	3887622,5	2794393,9	2693068,9	66388,0
0,004	1,85508E-06	0,00296	0,02996000	728,5970229	26,5	160	6571847,7	3-0 4	4924815,3	1647032,5	1545707,5	38178,4
0,004	1,85508E-06	0,00296	0,02996000	728,5970229	26,5	160	6692589,2	3-0 4	5198228,1	1494361,1	1393036,1	34407,4

VP- velocidade de deslocamento do pistão; Qc - vazão no capilar, Dc - diâmetro do capilar, Lc - comprimento do capilar, D - diâmetro do cilindro, U - umidade

T - temperatura, Pa - pressão sobre a massa, Matriz 0 - matriz com Lc = 0; ΔP_b = Pa - Pen; ΔP_c = Pen - Pex; Pen - determinado por diferença

Tabela 2b. Dados para estimativas da taxa de cisalhamento e tensão cisalhante na matriz capilar do reômetro (Seção II)

VP (m/s)	Qc (m ³ /s)	Dc (m)	Lc (m)	[32Qc]/[πDc ³] (1/s)	U (%)	T (°C)	Pa (Pa)	Matriz 0	ΔPb (Pa)	Pen (Pa)	ΔPc (Pa)	Tens Cis (Pa)
0,0004	1,85508E-07	0,00396	0,04015996	30,42824944	30,4	80	2489262,6	4-0 0,4	1293054,8	1196207,8	1094882,8	26990,4
0,0004	1,85508E-07	0,00396	0,04015996	30,42824944	30,4	80	2766904,6	4-0 0,4	1299398,4	1467506,1	1366181,1	33678,3
0,0004	1,85508E-07	0,00296	0,03996	72,85970229	30,4	80	2474037,7	3-0 0,4	1642591,9	831445,84	730120,84	13520,8
0,0004	1,85508E-07	0,00296	0,03996	72,85970229	30,4	80	2748930,8	3-0 0,4	1849607,5	899323,28	797998,28	14777,7
0,004	1,85508E-06	0,00396	0,04015996	304,2824944	30,4	80	3334241,6	4-0 4	1884074,9	1450166,7	1348841,7	33250,9
0,004	1,85508E-06	0,00396	0,04015996	304,2824944	30,4	80	3420304,3	4-0 4	1969080,3	1451224	1349899	33276,9
0,004	1,85508E-06	0,00296	0,02996	728,5970229	30,4	80	5619871,8	3-0 4	2731802,8	2888069	2786744	68831,5
0,004	1,85508E-06	0,00296	0,02996	728,5970229	30,4	80	5779098,4	3-0 4	3105657,4	2673440,9	2572115,9	63530,2
0,0004	1,85508E-07	0,00396	0,04015996	30,42824944	30,4	120	2537474,6	4-0 0,4	1370870,6	1166603,9	1065278,9	26260,6
0,0004	1,85508E-07	0,00396	0,04015996	30,42824944	30,4	120	2622057,1	4-0 0,4	1580635,2	1041421,9	940096,86	23174,7
0,0004	1,85508E-07	0,00296	0,03996	72,85970229	30,4	120	3050255,9	3-0 0,4	1733941	1316314,9	1214989,9	22499,8
0,0004	1,85508E-07	0,00296	0,03996	72,85970229	30,4	120	3212231,4	3-0 0,4	1755086,6	1457144,8	1355819,8	25107,8
0,004	1,85508E-06	0,00396	0,04015996	304,2824944	30,4	120	3330435,4	4-0 4	1854048,1	1476387,3	1375062,3	33897,2
0,004	1,85508E-06	0,00396	0,04015996	304,2824944	30,4	120	3457732	4-0 4	1987688,4	1470043,6	1368718,6	33740,9
0,004	1,85508E-06	0,00296	0,02996	728,5970229	30,4	120	3552464,4	3-0 4	2452892,1	1099572,3	998247,32	24656,3
0,004	1,85508E-06	0,00296	0,02996	728,5970229	30,4	120	3721629,4	3-0 4	2495183,3	1226446	1125121	27790,0
0,0004	1,85508E-07	0,00396	0,04015996	30,42824944	30,4	160	2262793	4-0 0,4	1750011,6	512781,32	411456,32	10143,0
0,0004	1,85508E-07	0,00396	0,04015996	30,42824944	30,4	160	2490531,3	4-0 0,4	1807950,6	682580,66	581255,66	14328,8
0,0004	1,85508E-07	0,00296	0,03996	72,85970229	30,4	160	4313706,8	3-0 0,4	3087260,7	1226446	1125121	20835,6
0,0004	1,85508E-07	0,00296	0,03996	72,85970229	30,4	160	4567454,3	3-0 0,4	3383299,4	1184154,8	1082829,8	20052,4
0,004	1,85508E-06	0,00396	0,04015996	304,2824944	30,4	160	4011958,8	4-0 4	2849372,5	1162586,3	1061261,3	26161,6
0,004	1,85508E-06	0,00396	0,04015996	304,2824944	30,4	160	4065245,7	4-0 4	2851487,1	1213758,7	1112433,7	27423,1
0,004	1,85508E-06	0,00296	0,02996	728,5970229	30,4	160	4444598,2	3-0 4	3582914,1	861684,08	760359,08	18780,6
0,004	1,85508E-06	0,00296	0,02996	728,5970229	30,4	160	4666204,3	3-0 4	3812132,6	854071,65	752746,65	18592,5

VP- velocidade de deslocamento do pistão; Qc - vazão no capilar, Dc - diâmetro do capilar, Lc - comprimento do capilar, D - diâmetro do cilindro, U - umidade

T - temperatura, Pa - pressão sobre a massa, Matriz 0 - matriz com Lc = 0; ΔPb = Pa - Pen; ΔPc = Pen - Pex; Pen - determinado por diferença

Tabela 2c. Dados para estimativas da taxa de cisalhamento e tensão cisalhante na matriz capilar do reômetro (Seção II)

VP (m/s)	Qc (m ³ /s)	Dc (m)	Lc (m)	[32Qc]/[πDc ³] (1/s)	U (%)	T (°C)	Pa (Pa)	Matriz 0	ΔPb (Pa)	Pen (Pa)	ΔPc (Pa)	Tens Cis (Pa)
0,0004	1,85508E-07	0,00396	0,04015996	30,42824944	33,4	80	1781730,1	4-0 0,4	666298,53	1115431,5	1014106,5	24999,2
0,0004	1,85508E-07	0,00396	0,04015996	30,42824944	33,4	80	1816408,9	4-0 0,4	687655,61	1128753,3	1027428,3	25327,6
0,0004	1,85508E-07	0,00296	0,02996	72,85970229	33,4	80	1710257,9	3-0 0,4	807128,37	903129,5	801804,5	19804,2
0,0004	1,85508E-07	0,00296	0,02996	72,85970229	33,4	80	1866312,6	3-0 0,4	877331,84	988980,72	887655,72	21924,7
0,004	1,85508E-06	0,00396	0,04015996	304,2824944	33,4	80	2220290,3	4-0 4	969738,2	1250552,1	1149227,1	28330,1
0,004	1,85508E-06	0,00396	0,04015996	304,2824944	33,4	80	2326018,4	4-0 4	982425,58	1343592,8	1242267,8	30623,7
0,004	1,85508E-06	0,00296	0,02996	728,5970229	33,4	80	4038813,7	3-0 4	1437902,3	2600911,4	2499586,4	61738,8
0,004	1,85508E-06	0,00296	0,02996	728,5970229	33,4	80	4081105	3-0 4	1449109,4	2631995,5	2530670,5	62506,5
0,0004	1,85508E-07	0,00396	0,04015996	30,42824944	33,4	120	1644283,5	4-0 0,4	812626,24	831657,29	730332,29	18003,7
0,0004	1,85508E-07	0,00396	0,04015996	30,42824944	33,4	120	1782787,4	4-0 0,4	867181,94	915605,41	814280,41	20073,2
0,0004	1,85508E-07	0,00296	0,03996	72,85970229	33,4	120	2135707,8	3-0 0,4	951552,97	1184154,8	1082829,8	20052,4
0,0004	1,85508E-07	0,00296	0,03996	72,85970229	33,4	120	2231497,4	3-0 0,4	1014989,8	1216507,6	1115182,6	20651,5
0,004	1,85508E-06	0,00396	0,04015996	304,2824944	33,4	120	1881960,3	4-0 4	1141863,6	740096,75	638771,75	15746,6
0,004	1,85508E-06	0,00396	0,04015996	304,2824944	33,4	120	2008834	4-0 4	1184154,8	824679,24	723354,24	17831,7
0,004	1,85508E-06	0,00296	0,02996	728,5970229	33,4	120	2249048,3	3-0 4	1342747	906301,34	804976,34	19882,6
0,004	1,85508E-06	0,00296	0,02996	728,5970229	33,4	120	2264696,1	3-0 4	1494995,4	769700,62	668375,62	16508,6
0,0004	1,85508E-07	0,00396	0,04015996	30,42824944	33,4	160	1821483,8	4-0 0,4	1315892	505591,81	404266,81	9965,8
0,0004	1,85508E-07	0,00396	0,04015996	30,42824944	33,4	160	1894859,1	4-0 0,4	1349090,7	545768,49	444443,49	10956,2
0,0004	1,85508E-07	0,00296	0,02996	72,85970229	33,4	160	2706639,6	3-0 0,4	1770945,8	935693,75	834368,75	20608,6
0,0004	1,85508E-07	0,00296	0,02996	72,85970229	33,4	160	3087260,7	3-0 0,4	1862717,8	1224542,9	1123217,9	27743,0
0,004	1,85508E-06	0,00396	0,04015996	304,2824944	33,4	160	2940933	4-0 4	1861660,5	1079272,5	977947,52	24107,8
0,004	1,85508E-06	0,00396	0,04015996	304,2824944	33,4	160	3214134,5	4-0 4	1861026,2	1353108,3	1251783,3	30858,2
0,004	1,85508E-06	0,00296	0,02996	728,5970229	33,4	160	2870729,6	3-0 4	2138456,7	732272,87	630947,87	15584,2
0,004	1,85508E-06	0,00296	0,02996	728,5970229	33,4	160	2889337,7	3-0 4	2170809,5	718528,22	617203,22	15244,7

VP- velocidade de deslocamento do pistão; Qc - vazão no capilar, Dc - diâmetro do capilar, Lc - comprimento do capilar, D - diâmetro do cilindro, U - umidade

T - temperatura, Pa - pressão sobre a massa, Matriz 0 - matriz com Lc = 0; ΔPb = Pa - Pen; ΔPc = Pen - Pex; Pen - determinado por diferença

Tabela 3. Dados para estimativa do coeficiente δ para correção do deslizamento da massa na parede do capilar do reômetro (Seção II)

VP (m/s)	Qc (m ³ /s)	Dc (m)	Lc (m)	$[32Qc]/[\pi Dc^3]$ (1/s)	U (%)	T (°C)	Tens Cis (Pa)	1/R	δ
0,4	185,51	2,96	39,96	72,86	20	120	64917,06	0,68	187,8
0,4	185,51	2,96	39,96	72,86	20	120	66961,13	0,68	
0,4	185,51	2,96	39,96	72,86	20	120	65786,38	0,68	
0,4	185,51	3,96	40,15	30,43	20	120	63767,08	0,51	
0,4	185,51	3,96	40,15	30,43	20	120	64825,52	0,51	
0,4	185,51	3,96	40,15	30,43	20	120	70451,42	0,51	
0,4	185,51	5,97	40,00	8,88	20	120	61478,57	0,34	
0,4	185,51	5,97	40,00	8,88	20	120	70410,00	0,34	
0,4	185,51	5,97	40,00	8,88	20	120	67545,95	0,34	
2	927,54	2,96	39,96	364,30	20	120	69921,52	0,68	939,2
2	927,54	2,96	39,96	364,30	20	120	66080,07	0,68	
2	927,54	2,96	39,96	364,30	20	120	74573,56	0,68	
2	927,54	3,96	40,15	152,14	20	120	78580,03	0,51	
2	927,54	3,96	40,15	152,14	20	120	84570,90	0,51	
2	927,54	3,96	40,15	152,14	20	120	79023,22	0,51	
2	927,54	5,97	40,00	44,40	20	120	100360,29	0,34	
2	927,54	5,97	40,00	44,40	20	120	101535,90	0,34	
2	927,54	5,97	40,00	44,40	20	120	102632,60	0,34	
4	1855,08	2,96	39,96	728,60	20	120	75125,69	0,68	1.878,4
4	1855,08	2,96	39,96	728,60	20	120	73747,31	0,68	
4	1855,08	2,96	39,96	728,60	20	120	74021,42	0,68	
4	1855,08	3,96	40,15	304,28	20	120	89409,48	0,51	
4	1855,08	3,96	40,15	304,28	20	120	89967,38	0,51	
4	1855,08	3,96	40,15	304,28	20	120	94712,11	0,51	
4	1855,08	5,97	40,00	88,81	20	120	115019,84	0,34	
4	1855,08	5,97	40,00	88,81	20	120	114404,42	0,34	
4	1855,08	5,97	40,00	88,81	20	120	114404,42	0,34	

VP- velocidade de deslocamento do pistão; Qc - vazão no capilar, Dc - diâmetro do capilar, Lc - comprimento do capilar, U - umidade, T - temperatura, R - raio do capilar

Tens Cis - tensão de cisalhamento, δ - coeficiente de deslizamento = $d [(32Qc)/(\pi D^3)]/ d(1/R)$

Tabela 4. Dados do perfil de velocidade de escoamento da massa pela matriz capilar em função de r/R (Seção IV)

r/R	velocidade escoamento (mm/s)	r/R	velocidade escoamento (mm/s)
0	322,78	0,51	321,85
0,01	322,78	0,52	321,68
0,02	322,78	0,53	321,48
0,03	322,78	0,54	321,25
0,05	322,78	0,56	320,68
0,06	322,78	0,57	320,34
0,07	322,78	0,58	319,94
0,08	322,78	0,59	319,48
0,09	322,78	0,60	318,97
0,11	322,78	0,62	317,71
0,12	322,78	0,63	316,95
0,13	322,78	0,64	316,10
0,14	322,78	0,65	315,14
0,15	322,78	0,66	314,05
0,17	322,78	0,68	311,47
0,18	322,78	0,69	309,94
0,19	322,78	0,70	308,23
0,2	322,78	0,71	306,32
0,21	322,78	0,72	304,19
0,23	322,78	0,74	299,20
0,24	322,78	0,75	296,28
0,25	322,77	0,76	293,05
0,26	322,77	0,77	289,47
0,27	322,77	0,78	285,52
0,29	322,77	0,80	276,35
0,3	322,77	0,81	271,06
0,31	322,76	0,82	265,24
0,32	322,76	0,83	258,85
0,33	322,76	0,84	251,84
0,35	322,74	0,86	235,74
0,36	322,73	0,87	226,54
0,37	322,72	0,88	216,50
0,38	322,70	0,89	205,53
0,39	322,69	0,90	193,57
0,41	322,64	0,92	166,38
0,42	322,60	0,93	150,98
0,43	322,57	0,94	134,25
0,44	322,52	0,95	116,09
0,45	322,46	0,96	96,40
0,47	322,32	0,98	51,97
0,48	322,23	0,99	26,99
0,49	322,12	0,999000	2,79
0,5	322,00	0,999900	0,28
		0,999999	0,00
		1,000000	0,00

r - posição radial em R - raio; $r/R = 0$ - eixo do capilar; $r/R = 1$ - parede do capilar

Tabela 5. Número de esporos em função da taxa de cisalhamento imposta à massa, com auxílio do reômetro capilar (Seção IV)

Tx Cis (1/s)	N. esporos	log N esporos	Tx Cis (1/s)	N. esporos	log N esporos
0	750000	5,87506	1.457,2	500000	5,69897
0	725000	5,86034	1.457,2	490000	5,6902
0	575000	5,75967	1.457,2	400000	5,60206
0	825000	5,91645	1.457,2	430000	5,63347
0	775000	5,8893	1.457,2	230000	5,36173
0	500000	5,69897	1.457,2	330000	5,51851
0	425000	5,62839	1.457,2	200000	5,30103
0	725000	5,86034	1.457,2	130000	5,11394
0	750000	5,87506	1.457,2	300000	5,47712
0	650000	5,81291	1.457,2	300000	5,47712
0	500000	5,69897	1.457,2	400000	5,60206
0	680000	5,83251	1.457,2	370000	5,5682
0	670000	5,82607	2.185,8	720000	5,85733
0	400000	5,60206	2.185,8	600000	5,77815
0	500000	5,69897	2.185,8	690000	5,83885
728,6	420000	5,62325	2.185,8	500000	5,69897
728,6	520000	5,716	2.185,8	600000	5,77815
728,6	500000	5,69897	2.185,8	540000	5,73239
728,6	100000	5	2.185,8	460000	5,66276
728,6	410000	5,61278	2.185,8	610000	5,78533
728,6	450000	5,65321	2.185,8	590000	5,77085
728,6	200000	5,30103	2.185,8	400000	5,60206
728,6	200000	5,30103	2.185,8	490000	5,6902
728,6	200000	5,30103	2.185,8	300000	5,47712
728,6	240000	5,38021	2.185,8	450000	5,65321
728,6	100000	5	3.643,0	400000	5,60206
728,6	500000	5,69897	3.643,0	300000	5,47712
728,6	400000	5,60206	3.643,0	320000	5,50515
728,6	300000	5,47712	3.643,0	500000	5,69897
728,6	100000	5	3.643,0	310000	5,49136
			3.643,0	420000	5,62325
			3.643,0	500000	5,69897
			3.643,0	570000	5,75587
			3.643,0	630000	5,79934
			3.643,0	500000	5,69897
			3.643,0	430000	5,63347
			3.643,0	200000	5,30103
			3.643,0	360000	5,5563
			3.643,0	300000	5,47712

Tx Cis - Taxa de cisalhamento, N - número.

Tabela 6. Correspondência entre tratamento e códigos das amostras (Seções V e VI)

Tratamento	Código da amostra
T1	1, 3, 5
T2	2, 4, 6
T3	7, 15, 23
T4	10, 18, 26
T5	11, 19, 27
T6	12, 20, 28
T7	13, 21, 29
T8	14, 22, 30
T9	8, 16, 24

Tabela 7. Dados da viscosidade da pasta determinados no Analisador Rápido de Viscosidade RVA (Seção V)

amostra	Cold Peak (cP)	Raw Peak (cP)	Hold (cP)	Breakdown (cP)	Final Visc (cP)	Setback (cP)	Peak Time (cP)	Paste temperature °C
1	21	73	52	21	121	69	6,6	69,75
1	19	71	49	22	123	74	6,6	70,7
2	26	60	46	14	78	32	7,6	79,6
2	26	66	51	15	88	37	7,93	76,1
3	28	84	57	27	126	69	6,73	70,5
3	27	79	59	20	125	66	6,73	72,3
4	11	59	41	18	78	37	8,47	85,55
4	25	71	55	16	90	35	8,33	83,15
5	23	78	50	28	120	70	6,93	71,5
5	23	76	49	27	119	70	6,73	71,55
6	13	49	37	12	76	39	8,07	73,3
6	9	44	34	10	70	36	8,67	79,45
7	3	44	33	11	108	75	6,93	69,6
7	7	55	43	12	113	70	7,6	69,65
8	9	47	33	14	71	38	6,6	74,3
8	9	46	31	15	69	38	6,73	73,35
9	7	46	38	8	69	31	8,13	79,15
9	10	51	39	12	72	33	8,07	86,45
10	8	58	49	9	116	67	9,47	72,4
10	6	53	46	7	116	70	8	73,35
11	6	39	30	9	58	28	9,2	78,9
11	6	33	24	9	53	29	8,33	74,35
12	6	62	53	9	144	91	9,8	72,45
12	11	67	55	12	145	90	9,47	71,55
13	10	50	39	11	76	37	8,53	75,25
13	12	49	41	8	73	32	8,6	77,05
14	23	76	56	20	141	85	6,67	68,8
14	20	72	57	15	138	81	6,8	68,8
15	23	72	49	23	96	47	6,67	72,45
15	24	73	49	24	101	52	6,67	71,6
16	27	71	58	13	100	42	8,07	82,1
16	28	71	58	13	96	38	7,8	76,9
17	24	78	68	10	160	92	7,47	70,75
17	19	69	57	12	157	100	8,13	71,55
18	20	62	49	13	84	35	9,33	76,9
18	16	58	49	9	84	35	9	76,9
19	21	77	62	15	141	79	7,27	69,65
19	20	75	61	14	146	85	6,8	70,6
20	23	61	49	12	78	29	8,07	80,4
20	25	64	54	10	85	31	7,93	77,7
21	36	87	60	27	124	64	6,73	70,6
21	27	85	57	28	131	74	6,33	70,6
22	26	72	51	21	98	47	6,93	72,45
22	28	73	49	24	96	47	6,67	71,6
23	25	70	59	11	94	35	8,4	83,55
23	25	66	54	12	86	32	7,8	68,75
24	22	72	65	7	155	90	9	69,8
24	25	75	67	8	155	88	7,4	70,5
25	22	65	55	10	95	40	8,93	77,8
25	25	67	56	11	95	39	9,67	78,8
26	29	93	72	21	164	92	6,8	70,65
26	27	87	67	20	159	92	7	69,75
27	17	62	52	10	92	40	7,93	79,1
27	16	58	47	11	90	43	9,07	81,45

Tabela 8 Dados da variação da entalpia para as amostras extrusadas determinados no calorímetro diferencial de varredura, DSC (Seção V)

amostra	entalpia (J/g)	Temperatura transição (°C)	Temperatura pico (°C)
1	3,419	72,44	75,97
2	0,367	73,72	77,17
3	0,07	76,12	79,79
4	3,261	73,12	76,65
5	1,97	73,76	74,45
6	0,24	74,43	78,04
7	3,166	72,58	76,11
8	0,29	65,94	66,89
10	0,27	74,8	78,38
11	3,9255	69,8	74,47
12	1,02	72,11	76,61
13	3,646	72,05	75,05
14	1,25	72,74	76,7
15	3,0525	71,93	75,39
16	0,62	53,18	58,7
18	0,38	75,37	79,01
19	3,674	71,16	75,05
20	0,38	74,92	78,58
21	3,213	72,15	75,74
22	0,19	74,58	78,83
23	0,39	73,47	78,03
24	0,96	72,52	77,54
26	0,9847	73,47	77,93
27	3,494	72,88	76,77
28	0,37	74,17	77,66
29	3,088	72,38	76,01
30	0,28	75,06	79,57

Tabela 9 Dados do índice de solubilidade em água e índice de absorção água, ISA e IAA (Seção V)

amostras	umidade	massa amostra bs (g)	massa gel (g)	(%) I.A.	(%) I.S.
1	5,34	2,65	21,58	3,56	3,41
2	5,01	1,33	18,19	4,68	6,64
3	5,12	2,64	21,27	3,53	4,28
4	5,12	2,64	21,86	3,78	3,20
5	4,45	2,50	20,27	3,27	3,72
6	5,81	2,66	21,86	3,65	3,46
7	5,62	1,46	17,13	3,19	4,04
8	6,41	2,68	21,93	3,60	4,18
10	5,41	2,65	20,04	3,01	2,50
11	4,92	2,63	19,63	2,92	5,91
12	4,96	2,63	22,02	3,86	3,68
13	4,98	2,63	19,05	2,59	2,08
14	4,78	2,63	21,55	3,64	3,29
15	5,06	2,64	20,80	3,37	4,23
16	6,59	2,68	21,39	3,49	2,63
18	4,87	2,63	22,49	3,98	2,99
19	3,87	2,61	19,84	3,06	4,52
20	4,34	1,80	18,47	3,65	5,52
21	4,2	2,61	20,01	3,02	2,25
22	4,6	2,63	22,74	4,02	3,37
23	4,43	2,62	21,17	3,48	3,24
24	5,98	2,66	21,02	3,35	3,41
26	5,12	2,64	22,56	3,87	3,07
27	4,63	2,63	18,60	2,49	4,78
28	6,13	2,67	21,05	3,36	2,88
29	5,21	2,64	19,72	2,90	3,07
30	5,39	2,65	21,60	3,64	3,71

Tabela 10a. Dados referentes à recuperação cumulativa do indicador colorido para tempo de residência, a e b são leituras de cor na escala CIELab(Seção V e VI)

amostra 21													
t (s)	140,00	130,00	120,00	110,00	100,00	90,00	80,00	70,00	60,00	50,00	0,00	tara	tara
trat	T38	T37	T36	T35	T34	T33	T32	T31	T30	T29	T28	T27	T26
F	51,39	52,43	37,10	55,77	51,91	56,03	52,11	50,10	62,28	63,59	63,32	8,49	8,44
a	-6,51	-7,79	-6,15	-8,83	-10,20	-5,14	-11,54	-10,83	4,37	7,99	5,61	1,28	1,46
b	20,15	19,71	14,25	15,83	16,07	22,94	13,42	14,02	32,45	35,85	33,95	2,59	2,19
Ci	0,32	0,40	0,43	0,56	0,63	0,22	0,86	0,77	0,13	0,22	0,17		
Cidt	3,23	3,95	4,32	5,58	6,35	2,24	8,60	7,72	1,35	2,23	1,65	47,22	
	0,07	0,08	0,09	0,12	0,13	0,05	0,18	0,16	0,03	0,05	0,03	1,00	
F(t)	1,00	0,93	0,85	0,76	0,64	0,50	0,46	0,27	0,11	0,08	0,03		
amostra 20													
t (s)	150,0	140,0	130,0	120,0	110,0	100,0	90,0	80,0	70,0	60,0	50,0	0,0	tara
trat	T51	T50	T49	T48	T47	T46	T45	T44	T43	T42	T41	T40	T39
F	58,8	58,2	56,8	54,2	50,4	52,6	49,9	47,0	45,6	59,5	54,9	64,6	14,7
a	-1,5	-2,8	-3,6	-4,4	-6,7	-8,2	-8,4	-13,7	-12,5	7,0	7,0	5,2	-0,7
b	27,6	25,9	25,5	25,8	21,9	20,1	19,2	13,2	12,5	35,8	35,0	34,5	2,9
Ci	0,1	0,1	0,1	0,2	0,3	0,4	0,4	1,0	1,0	0,2	0,2	0,1	
Cidt	0,6	1,1	1,4	1,7	3,1	4,1	4,4	10,3	10,0	2,0	2,0	1,5	42,1
	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,0	0,0	0,0	1,0
F(t)	1,0	1,0	1,0	0,9	0,9	0,8	0,7	0,6	0,4	0,1	0,1	0,0	
amostra 4													
t (s)	140,0	130,0	120,0	110,0	100,0	90,0	80,0	70,0	60,0	50,0	0,0	tara	
trat	T63	T62	T61	T60	T59	T58	T57	T56	T55	T54	T53	T52	
F	58,2	56,8	54,9	53,0	52,0	49,5	47,9	48,0	57,1	59,0	62,1	10,9	
a	-0,9	-1,7	-4,0	-6,7	-8,9	-12,3	-13,9	-12,0	0,2	6,7	5,0	-0,4	
b	30,5	30,2	26,5	23,3	20,6	16,5	14,3	14,9	29,9	36,9	33,9	1,4	
Ci	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,7	1,0	0,8	0,0	0,2	0,1		
Cidt	0,3	0,6	1,5	2,9	4,3	7,4	9,7	8,0	0,1	1,8	1,5	38,1	
	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,2	0,3	0,2	0,0	0,0	0,0	1,0	
F(t)	1,0	1,0	1,0	0,9	0,9	0,7	0,6	0,3	0,1	0,1	0,0		

onde:

t - tempo

$$C_i = \left| \frac{a}{b} \right| ; \quad E(t) \cong \frac{C_i}{\sum_{i=0}^{\infty} C_i \Delta t} ; \quad F(t) \cong \frac{\sum_{i=0}^t C_i \Delta t}{\sum_{i=0}^{\infty} C_i \Delta t}$$

Tabela 10b. Dados referentes à recuperação cumulativa do indicador colorido para tempo de residência, a e b são leituras de cor na escala CIELab (Seção V e VI)

amostra 18													
t (s)	140,0	130,0	120,0	110,0	100,0	90,0	80,0	70,0	60,0	50,0	0,0	tara	
trat	T75	T74	T73	T72	T71	T70	T69	T68	T67	T66	T65	T64	
F	53,2	52,0	58,8	50,2	55,5	48,4	46,0	50,0	58,5	54,3	60,9	14,0	
a	1,1	0,3	-2,1	-4,0	-7,2	-8,6	-11,7	-13,3	5,8	4,1	5,3	-0,7	
b	32,6	28,5	29,1	24,7	22,6	17,2	14,2	12,7	34,5	30,6	33,8	3,0	
Ci	0,0	0,0	0,1	0,2	0,3	0,5	0,8	1,0	0,2	0,1	0,2		
Cidt	0,3	0,1	0,7	1,6	3,2	5,0	8,2	10,4	1,7	1,3	1,6	34,2	
	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,2	0,3	0,0	0,0	0,0	1,0	
F(t)	1,0	1,0	1,0	1,0	0,9	0,8	0,7	0,4	0,1	0,1	0,0		
amostra 19													
t (s)	150,0	140,0	130,0	120,0	110,0	100,0	90,0	80,0	70,0	60,0	50,0	0,0	tara
trat	T88	T87	T86	T85	T84	T83	T82	T81	T80	T79	T78	T77	T76
F	59,8	57,6	58,9	59,8	51,2	55,8	54,3	49,4	42,1	53,3	60,4	61,7	12,6
a	1,5	0,7	-0,6	-2,3	-3,1	-6,4	-8,5	-10,7	-12,7	-10,8	6,9	5,5	-0,6
b	30,5	28,7	28,5	26,9	23,2	21,4	18,0	15,1	8,6	13,6	32,8	34,3	2,5
Ci	0,1	0,0	0,0	0,1	0,1	0,3	0,5	0,7	1,5	0,8	0,2	0,2	
Cidt	0,5	0,2	0,2	0,9	1,4	3,0	4,7	7,1	14,7	8,0	2,1	1,6	44,4
	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,2	0,3	0,2	0,0	0,0	
F(t)	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	0,9	0,9	0,8	0,6	0,3	0,1	0,0	
amostra 22													
t (s)	150,0	140,0	130,0	120,0	110,0	100,0	90,0	80,0	70,0	60,0	50,0	0,0	tara
trat	T103	T102	T101	T100	T99	T98	T97	T96	T95	T94	T93	T92	T91
F	50,9	43,2	46,6	50,3	50,1	43,6	45,0	46,3	57,3	63,1	60,9	58,4	18,5
a	-8,9	-8,5	-9,0	-11,0	-12,9	-13,3	-13,6	-13,5	-4,2	6,9	7,6	4,5	-0,7
b	21,0	20,7	19,9	16,2	14,1	11,9	11,2	11,2	26,3	37,8	39,0	31,7	2,3
Ci	0,4	0,4	0,5	0,7	0,9	1,1	1,2	1,2	0,2	0,2	0,2	0,1	
Cidt	4,3	4,1	4,5	6,8	9,1	11,2	12,2	12,1	1,6	1,8	1,9	1,4	71,1
	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2	0,2	0,2	0,0	0,0	0,0	0,0	
F(t)	1,0	0,9	0,9	0,8	0,7	0,6	0,4	0,3	0,1	0,1	0,0	0,0	

onde:

t - tempo

$$C_i = \left| \frac{a}{b} \right|; \quad E(t) \cong \frac{C_i}{\sum_{i=0}^{\infty} C_i \Delta t}; \quad F(t) \cong \frac{\sum_{i=0}^t C_i \Delta t}{\sum_{i=0}^{\infty} C_i \Delta t}$$

Tabela 10a. Dados referentes à recuperação cumulativa do indicador colorido para tempo de residência, a e b são leituras de cor na escala CIELab (Seção V e VI)

amostra 15												
t (s)	140,0	130,0	120,0	110,0	100,0	90,0	80,0	70,0	60,0	50,0	0,0	tara
trat	T115	T114	T113	T112	T111	T110	T109	T108	T107	T106	T105	T104
F	59,3	60,8	55,8	57,6	53,2	48,7	47,1	43,5	62,5	59,0	60,4	13,0
a	1,4	-0,4	-2,9	-6,4	-8,8	-11,9	-15,3	-14,5	2,6	6,8	5,0	-0,6
b	28,4	26,4	23,9	20,7	16,7	11,4	7,8	6,9	29,9	29,9	33,6	2,6
Ci	0,0	0,0	0,1	0,3	0,5	1,0	2,0	2,1	0,1	0,2	0,1	
Cidt	0,5	0,2	1,2	3,1	5,3	10,5	19,5	21,1	0,9	2,3	1,5	65,9
	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,2	0,3	0,3	0,0	0,0	0,0	
F(t)	1,0	1,0	1,0	1,0	0,9	0,8	0,7	0,4	0,1	0,1	0,0	

amostra 16												
t (s)	150,0	130,0	120,0	110,0	100,0	90,0	80,0	70,0	60,0	50,0	0,0	tara
trat	T127	T126	T125	T124	T123	T122	T121	T120	T119	T118	T117	T116
F	57,4	42,0	62,3	54,5	57,8	56,9	54,2	52,0	40,0	46,9	62,3	14,6
a	-2,2	-2,6	-4,5	-5,6	-7,7	-9,9	-13,0	-14,0	-13,7	-12,1	5,7	-0,4
b	26,5	17,9	22,9	20,4	20,7	18,4	14,4	11,8	8,2	12,7	34,9	1,7
Ci	0,1	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,9	1,2	1,7	1,0	0,2	
Cidt	0,8	1,5	2,0	2,7	3,7	5,4	9,0	11,9	16,7	9,5	1,6	64,8
	0,0	0,0	0,0	0,0	0,1	0,1	0,1	0,2	0,3	0,1	0,0	
F(t)	1,0	1,0	1,0	0,9	0,9	0,8	0,8	0,6	0,4	0,2	0,0	

amostra 1										
t (s)	120,0	110,0	100,0	90,0	80,0	70,0	60,0	50,0	0,0	tara
trat	T137	T136	T135	T134	T133	T132	T131	T130	T129	T128
F	59,1	56,4	54,6	50,5	48,3	44,3	56,7	66,1	63,1	17,5
a	-2,3	-5,5	-8,4	-11,4	-14,7	-15,0	-5,7	8,2	5,2	-0,8
b	26,0	22,9	19,5	14,7	9,9	6,8	20,9	36,2	34,3	2,6
Ci	0,1	0,2	0,4	0,8	1,5	2,2	0,3	0,2	0,2	
Cidt	0,9	2,4	4,3	7,8	14,9	22,0	2,7	2,3	1,5	58,7
	0,0	0,0	0,1	0,1	0,3	0,4	0,0	0,0	0,0	
F(t)	1,0	1,0	0,9	0,9	0,7	0,5	0,1	0,1	0,0	
	100,0	98,5	94,4	87,2	73,9	48,5	11,0	6,4	2,6	
	1,0	1,0	0,9	0,8	0,7	0,5	0,1	0,0	0,0	
	97,4	96,0	91,9	84,6	71,4	46,0	8,4	3,8	0,0	

onde:

t - tempo

$$C_i = \left| \frac{a}{b} \right|; \quad E(t) \cong \frac{C_i}{\sum_{i=0}^{\infty} C_i \Delta t}; \quad F(t) \cong \frac{\sum_{i=0}^t C_i \Delta t}{\sum_{i=0}^{\infty} C_i \Delta t}$$

Tabela 11. Dados referentes à pressão estática sobre a massa e vazão da extrusora e temperatura dos tratamentos (Seção V e VI).

Amostra	pressão (bar)	Vazão (kg/h)	Temperatura (°C)
1	16,8	1,542	80
2	10,99	1,44	140
3	15,4	1,062	80
4	9,8	0,792	140
5	15,26	0,756	80
6	10,36	0,768	140
7	23,8	1,788	80
8	25,2	1,734	80
10	16,1	0,846	140
11	14,7	1,464	80
12	10,85	1,512	140
13	22,05	1,374	80
14	14	1,41	140
15	23,8	1,494	80
16	24,5	1,71	80
18	14	1,278	140
19	24,5	1,5	80
20	14	1,512	140
21	24,5	1,206	80
22	12,6	0,798	140
23	19,6	1,092	80
24	19,6	1,2	80
26	9,8	0,864	140
27	17,85	1,458	80
28	9,66	1,35	140
29	23,94	1,494	80
30	11,9	1,308	140

Tabela 12. Resultados de temperatura da massa na terceira zona da extrusora (seção VI)

	Temperatura na terceira zona			
	80 °C		140 °C	
	Matriz		Matriz	
	A	B	A	B
Ponto 1	68,7±2,5	68,1±0,3	68,8±0,8	68,4±0,5
Ponto 2	75,6±2,1	75,3±1,2	115,0±1,9	117,7±1,7
Ponto 3	78,5±1,2	78,2±1,1	124,1±1,5	125,9±1,5

média±erro padrão

Tabela 13. Dados de pressão, tempo mínimo de residência, e número de esporos viáveis (seção VI)

Amostra	pressão (bar)	t. min. res. (s)	n. esporos viáveis
1	16,8	62,3	100000
2	10,99	65	25000
3	15,4	85	107500
4	9,8	65	20000
5	15,26	90	125000
6	10,36	90	22500
7	23,8	120	147500
8	25,2	80	77500
10	23,1	98	138750
11	16,1	80	60000
12	14,7	66	330000
13	10,85	80	170000
14	22,05	77	270000
15	14	56	56250
16	23,8	100	75000
18	24,5	60	143250
19	25,9	73	167125
20	14	100	35625
21	24,5	61	155000
22	14	78	101875
23	24,5	85	200000
24	12,6	95	65000
26	19,6	150	151000
27	19,6	70	28750
28	19,6	87	105333
29	9,8	104	27500
30	17,85	72	300000

t. min. res. - tempo mínimo de residência; n. - número