

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESTADO DO RIO DE JANEIRO-UNIRIO
CENTRO DE CIÊNCIAS BIOLÓGICAS E DA SAÚDE-CCBS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ALIMENTOS E NUTRIÇÃO-PPGAN

MARIA EUGÊNIA ARAÚJO SILVA OLIVEIRA

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E EFEITO PREBIOTICO IN
VITRO DE CARRAGENA SUBMETIDA AO PROCESSO DE EXTRUSÃO
TERMOPLÁSTICA

Rio de Janeiro

2017

MARIA EUGÊNIA ARAÚJO SILVA OLIVEIRA

Dissertação de mestrado apresentado em cumprimento parcial às exigências do Programa de Pós-Graduação em Alimentos e Nutrição, da Universidade Federal do Estado do Rio de Janeiro, para obtenção do grau de Mestre.

Orientadora: Prof^ªDsc. Cristina Yoshie Takeiti

Co-orientadora: Dsc. Renata Galhardo Borguini

Rio de Janeiro

2017

Catálogo informatizado pelo(a) autor(a)

AA48 Araújo Silva Oliveira, Maria Eugenia
Avaliação das propriedades físicas e efeito prebiótico in vitro de carragena submetida ao processo de extrusão termoplástica / Maria Eugenia Araújo Silva Oliveira. -- Rio de Janeiro, 2017.
97

Orientadora: Cristina Yoshie Takeiti.
Coorientadora: Renata Galhardo Borguini.
Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal do Estado do Rio de Janeiro, Programa de Pós-Graduação em Alimentos e Nutrição, 2017.

1. . I. Yoshie Takeiti, Cristina , orient. II. Galhardo Borguini, Renata, coorient. III. Título.

MARIA EUGÊNIA ARAÚJO SILVA OLIVEIRA

Dissertação de mestrado apresentado em cumprimento parcial às exigências do Programa de Pós-Graduação em Alimentos e Nutrição, da Universidade Federal do Estado do Rio de Janeiro, para obtenção do grau de Mestre.

Aprovado em 22/02/17.

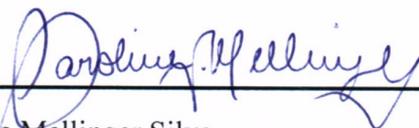
BANCA EXAMINADORA



Profª Drª Cristina Yoshie Takeiti (orientadora)
Doutora em Tecnologia de Alimentos
Embrapa Agroindústria de Alimentos



Drª Janine Passos Lima da Silva
Doutora em Ciência de Alimentos
Embrapa Agroindústria de Alimentos



Drª Caroline Mellinger Silva
Doutora em Ciências (Bioquímica)
Embrapa Agroindústria de Alimentos

Dedico a Inez, minha mãe. Por todo amor e carinho.

AGRADECIMENTOS

Embora pessoal, este trabalho não é fruto do empenho de uma só pessoa. De forma humilde e com o coração em festa venho agradecer àqueles que de certa forma me ajudaram a chegar até aqui.

À Cristina por ter confiado em mim e no meu trabalho. Sempre ética, crítica, carinhosa, observadora, paciente e exemplar. A você meu eterno respeito, carinho, admiração e gratidão.

À Renata pela disponibilidade, disposição e por ter me aceito como aluna, meu muito obrigado.

Ao “Doctor Piler” pela ajuda nas realizações das análises físicas.

À Carol Mellinger pela disposição e ajuda na reta final do trabalho.

À banca pela disponibilidade.

À minha querida e zelosa tia Marlene que sempre de coração aberto e sorriso no rosto cuidou de mim e me deu abrigo durante esse período.

À minha madrinha Irene por ter me socorrido muitas vezes. Muito obrigada !

Aos meus tios Manoel José e Edivani pela moradia concedida durante meu mestrado.

À Luciana que me abrigou e acolheu por muitas vezes e por ter me ensinado muitas coisas que sempre guardarei em mim.

À Dr^a Fernanda Vissotto pela disposição e acolhida durante o ensaio com o instantaneizador no ITAL.

À Maristela e toda sua equipe por terem me recebido na FEA durante o período que passei por Campinas.

À República Pimenta do Reino Encantado pelas risadas, conversas, cervejas e pela amizade durante minha passagem por Campinas.

Aos meus amigos, a família que eu pude escolher: Jade, Igor, Gabi, Laís, Amanda e Thales. Obrigada por tudo, não sei o que seria da minha vida sem vocês.

Aos estagiários da Planta IV: Carol Cayres, Angel, Nathi, Carol, Arturito, Dávy, Jhonny, Renata, Belinha, Cris e Gisa. Sei que não dividimos apenas espaço físico. Obrigada pela harmonia e convivência no “ambiente exclusivamente destinado ao trabalho”.

Às minhas colegas de turma do mestrado, em especial à Cíntia que hoje se tornou uma grande amiga. Obrigada !

Aos técnicos da EMBRAPA, em especial a minha psicóloga Mingui.

À CAPES pela concessão da bolsa de estudos.

Se você vai tentar, vá com tudo.

Senão, nem comece.

Se você vai tentar, vá com tudo.

Isso pode significar perder namoradas,
esposas, parentes, empregos
e talvez a cabeça.

Vá com tudo.

Isso pode significar ficar sem comer por 3 ou 4 dias.

Pode significar passar frio num banco de praça.

Pode significar cadeia, menosprezo, insultos, isolamento.

Isolamento é o presente

todos os outros são um teste da sua resistência
de quanto você realmente quer fazer isso.

E você vai fazer

Apesar da rejeição e dos piores infortúnios

E isso será melhor do que qualquer coisa
que você possa imaginar.

Se você vai tentar, vá com tudo.

Não há outro sentimento como esse.

Você ficará sozinho com os deuses
e as noites irão flamejar como fogo.

Faça, Faça, Faça

Vá com tudo, por todos os caminhos

Você irá direto até a gargalhada perfeita
e essa é a única boa luta que existe.

Jogue os dados- Bukowski

RESUMO

A extrusão é um processo que combina calor, umidade e pressão em um curto período de tempo. A goma carragena é um hidrocoloide de origem marinha, que apresenta dissolução dificultada em concentração acima de 1%. A literatura científica vêm relatando os potenciais efeitos fisiológicos dos hidrocoloides como diminuição da constipação intestinal, produção de gases, efeito anti-hipercolesterolêmico e a utilização da extrusão para melhoria da solubilidade de hidrocoloides. O presente estudo teve por objetivo a avaliação das propriedades físicas e efeito prebiótico *in vitro* de carragena submetida ao processo de extrusão termoplástica. Goma carragena extrudada e segregada em três diferentes tamanhos de partícula 212µm (a), 106 µm (b) e fundo (c) foram avaliadas quanto à: tempo de dissolução, densidade aparente, atividade de água, tamanho das partículas, grau de cristalinidade, cor instrumental, morfologia das partículas, isotermas de sorção e dessorção, reologia, análise microbiológica, composição centesimal e perfil de microelementos, avaliação da digestão de carboidratos *in vitro* e efeito pré-biótico. O tamanho de partícula governa o desempenho dos parâmetros físicos dos pós. Pós com maior tamanho de diâmetro de partícula (212 µm) apresentaram melhor dissolução ($Td_{25\text{ }^{\circ}\text{C}} = 30\text{ s}$), dispersibilidade, maior viscosidade (fluido pseudoplástico), características morfológicas distintas e menor densidade aparente (0,66) que os produtos com menores diâmetros de partícula. Os resultados da composição centesimal apontaram que os produtos extrudados de carragena têm alto conteúdo de fibra alimentar total (45 g/100g). As amostras de goma carragena extrudadas apresentaram multiplicação de *Bifidobacterium bifidum* acima das amostras comerciais, evidenciando efeito estimulante/potencializador dos microrganismos.

Palavras-chave: extrusão termoplástica, goma carragena, fibra alimentar.

ABSTRACT

PHYSICAL PROPERTIES EVALUATION AND "IN VITRO" PREBIOTIC EFFECT OF EXTRUDED CARRAGEENAN.

Extrusion is a process that combines heat, moisture and pressure in a short time. Carrageenan gum is a hydrocolloid of marine origin, presenting difficult dissolution in concentration above 1%. The scientific literature has been reporting the potential physiological effects of hydrocolloids such as decreased intestinal constipation and gas production, antihypercholesterolemic effect along with use of thermoplastic extrusion enhancing hydrocolloid solubility. The present study aimed to obtain soluble fiber by thermoplastic extrusion of carrageenan. Extruded and segregated carrageenan gum in three different particle sizes 212 μm (a), 106 μm (b) and background (c) were evaluated in terms of dissolution time, apparent density, water activity, particle size profile, degree of crystallinity, particle morphology, sorption and desorption isotherms, rheology, microbiological analysis, proximate composition and microelements profile, evaluation of *in vitro* carbohydrate digestion and prebiotic effect. The particle size governs the performance of physical parameters of the powders. Higher particle diameter (212 μm) powders showed better dissolution ($T_{d\ 25\ ^\circ\text{C}} = 30\ \text{s}$), dispersibility, higher viscosity (pseudoplastic fluid), distinct morphological characteristics and lower bulk density (0.66 g/mL) than products showing smaller particle diameters. The results of the proximate composition indicated that the carrageenan extrudates had high dietary fiber content (45 g/100g). Extruded carrageenan gum in comparison with the extruded Arabic gum and commercial products present the highest *Bb12* growth curve, evidencing the stimulant/potentiator effect of microorganisms.

Keywords: thermoplastic extrusion, carrageenan gum, dietary fiber.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1. Distribuição proporcional dos dez tipos de câncer mais incidentes estimados para 2016 por sexo.

Figura 2. Fotografia da alga *Kappaphycus alvarezii*, de onde é extraída a goma carragena.

Figura 3. Representação esquemática de uma extrusora dupla rosca: (a) zona de alimentação, (b) zona de cisalhamento, (c) zona de despressurização, (d) zona de moldagem.

Figura 4. Extrusora dupla rosca modelo Evolun HT25 (Clextral Company).

Figura 5. Classificação dos sólidos de acordo com sua polaridade e ordem molecular.

Figura 6. Parâmetros físicos que descrevem as propriedades intrínsecas e funcionais das partículas responsáveis pela reatividade com a água e comportamento dos pós alimentares.

Figura 7. Sistema digestivo humano e órgãos anexos. (Fonte: DEAN, 2007)

Figura 8. Goma carragena não extrudada refinada (Vogler, Chile)

Figura 9. Representação esquemática dos diferentes tipos de volume (WEBB, 2001).

Figura 10. Representação esquemática de fibras medidas e não medidas pelo método oficial AOAC 985.29 utilizado no estudo.

Figura 11. Extrusão da goma carragena adotando-se as condições do tratamento 1 (a) e extrudado após o processamento nas condições do tratamento 1 (b).

Figura 12. Extrusão da goma carragena adotando-se as condições do tratamento 5 (a) e produto imediatamente após extrusão (b).

Figura 13. Gráfico ampliado do processamento por extrusão do tratamento a 400 rpm e 1L/h de água com faixas de temperatura de 40 a 120°C.

Figura 14. Distribuição das partículas da goma carragena processada por extrusão e de produtos comerciais.

Figura 15. Goma carragena não extrudada após duas horas de realização do teste de dissolução.

Figura 16. Goma carragena extrudada T5a após realização do teste de dissolução.

Figura 17. Aspecto visual de goma carragena aglomerada

Figura 18. Aspecto visual das gomas extrudadas na condição do tratamento 5 nas diferentes granulometrias (a, b, c).

Figura 19. Características morfológicas por MEV da goma carragena submetida à extrusão termoplástica e de produtos comerciais em aumentos de magnitude de 100 e de 250 X.

Figura 20. Espectos de difração de raios-x das amostras de goma carragena extrudada nas condições do tratamento T1 (a) e da extrudada nas condições do tratamento T5 (b).

Figura 21. Espectos de difração de raios-x das amostras de goma carragena não extrudada e dos produtos comerciais após um ano de armazenamento sob congelamento.

Figura 22. Isotermas de adsorção e dessorção de goma carragena T1a, T1b, T1c e carragena não extrudada respectivamente.

Figura 23. Isotermas de sorção e dessorção de carragena extrudada T5a, T5b, T5c e carragena não extrudada respectivamente.

Figura 24. Isotermas de adsorção e dessorção de produtos comerciais 1 e 2 respectivamente.

Figura 25. Curvas de viscosidade a 25°C das gomas carragenas extrudadas nas condições do tratamento T1 (a), nas condições do tratamento T5(b) e produtos comerciais (c).

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Algas que dão origem à goma carragena e suas estruturas químicas

Tabela 2. Produtos à base de fibra solúvel encontrados no mercado brasileiro (Mercado varejo em Outubro/2016).

Tabela 3. Perfil de temperaturas (°C) das zonas de aquecimento da extrusora utilizados na extrusão da goma carragena.

Tabela 4. Tempo de dissolução (s) em diferentes temperaturas das várias frações dos tratamentos obtidos por extrusão termoplástica e dos produtos comerciais

Tabela 5. Tempo de dissolução dos produtos aglomerados a partir da goma carragena extrudada na condição do tratamento 4.

Tabela 6. Parâmetros obtidos na análise instrumental de cor da goma carragena utilizando sistema CIELab*.

Tabela 7. Resultado de análises de Atividade de água (Aa) e Densidade Aparente (Dap) de carragena extrudada, não extrudada e produtos comerciais.

Tabela 8. Percentuais de cristalinidade e de amorficidade das amostras determinados pelo *software* Difraction E.V.A®.

Tabela 9. Valores dos parâmetros obtidos pelo ajuste dos dados experimentais de adsorção pela Equação de GAB para as gomas carragenas extrudada, não extrudada e dos produtos comerciais.

Tabela 10. Valores do índice de comportamento do fluido e coeficiente de determinação (R^2), calculados pelo modelo reológico Lei da Potência (Ostwald de Waale).

Tabela 11. Análises microbiológicas da goma carragenas não extrudada, extrudada e de produtos comerciais.

Tabela 12. Composição centesimal de goma carragena não extrudada, extrudada e de produtos comerciais.

Tabela 13. Resultado para a análise de minerais de gomas carragenas extrudadas e não extrudada

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	15
2. OBJETIVOS	16
2.1 Objetivo geral.....	16
2.2 Objetivos específicos.....	16
3. REVISÃO DE LITERATURA	17
3.1 Hábitos alimentares da população brasileira	17
3.2 Hidrocoloides	19
3.3 Goma Carragena.....	21
3.4 Extrusão termoplástica	24
3.5 Propriedades Físicas de Pós	27
3.6 Efeito prebiótico.....	33
3.7 Digestibilidade de carboidratos <i>in vitro</i>	36
4. MATERIAL E MÉTODOS	39
4.1. Matéria-prima.....	39
4.1.1 Goma carragena.....	39
4.2 Processo de Extrusão Termoplástica.....	39
4.3 Tempo de dissolução do pó.....	41
4.4 Densidade Aparente	41
4.5. Cor Instrumental.....	42
4.6 Composição centesimal e perfil de microelementos	42
4.7 Determinação da Cristalinidade por Difração de Raios-X.....	43
4.8 Determinação da Atividade de Água.....	44
4.9 Microscopia Eletrônica de Varredura.....	44
4.10 Determinação das isotermas de sorção e dessorção	44
4.11 Tamanho de partículas	44
4.12 Processo de aglomeração ou instantaneização	45

4.13	Análise Reológica	45
4.14	Análises Microbiológicas	45
4.15	Digestibilidade de carboidratos <i>in vitro</i>	46
4.16	Avaliação do efeito prebiótico	47
4.17	Análises estatísticas	48
5.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	48
5.1	Extrusão.....	48
5.2	Propriedades físicas do material particulado.....	50
5.3	Avaliação de tempo de dissolução (Td)	52
5.12	Aglomerção	54
5.4	Avaliação instrumental da cor	56
5.5	Atividade de água (Aa) e Densidade Aparente (Dap).....	58
5.6	Características morfológicas	60
5.6	Avaliação de cristalinidade por difração de raios-x	63
5.7	Isotermas de equilíbrio	65
5.7	Reologia	69
5.8	Análises Microbiológicas	73
5.9	Composição centesimal, perfil de microelementos e avaliação da digestibilidade de carboidratos <i>in vitro</i>	76
5.10	Efeito prebiótico.....	80
6.	CONCLUSÃO	81
7.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	85

1. INTRODUÇÃO

Os hidrocoloides são amplamente utilizados na indústria de alimentos devido a sua capacidade de formar sistemas coloidais em contato com a água. Entretanto, por apresentarem alta quantidade de fibras alimentares estudos vêm evidenciando suas propriedades fisiológicas.

A goma carragena é um hidrocoloide de origem marinha extraído de algumas espécies de algas, sendo *Kappaphycus alvarezii* a sua principal fonte. Embora sua utilização industrial seja amplamente conhecida, não há relatos sobre o emprego da goma carragena no processo de extrusão termoplástica para melhoria de sua solubilidade, bem como estudos quanto a sua avaliação em termos fisiológicos para sua utilização como fibra alimentar.

A extrusão termoplástica é uma operação mecânica que combina calor, cisalhamento e umidade em um curto tempo. Amplamente utilizada para processamento de amiláceos, sabe-se que ela consegue modificar as estruturas de polissacarídeos e assim, melhorar características físicas como a dispersão e a solubilidade das gomas.

A primeira etapa do presente trabalho visou utilizar a extrusão termoplástica para obter um produto à base de fibra alimentara partir de goma carragena, com vistas na diminuição do tempo de dissolução do produto. Na segunda parte do estudo, as amostras de goma carragena extrudadas foram separadas em diferentes granulometrias e estudadas quanto às propriedades físicas como o tempo dedissolução, o perfil do tamanho de partículas, parâmetros da cor instrumental, densidade aparente, atividade de água, características morfológicas e perfil de cristalinidade,comparando-ascom os produtos comerciais existentes.

Na última etapa, considerando que até o momento não estão descritos na literatura,os efeitos fisiológicos da goma carragena, estudou-se o seu o potencial pré-biótico e sua digestibilidade dos carboidratos “*in vitro*”.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Aumentar a solubilidade da carragena por extrusão termoplástica resultando em um produto de fácil ressobilização.

2.2 Objetivos específicos

- Obter fibra alimentar de melhor solubilidade por processo de extrusão termoplástica utilizando goma carragena;
- Avaliar as propriedades físicas (tempo de dissolução, perfil de tamanho de partícula, densidade aparente, atividade de água, cor instrumental, propriedades reológicas, perfil de cristalinidade, isotermas de sorção/dessorção, morfologia de partícula) dos materiais particulados obtidos por extrusão termoplástica, seguido de moagem e segregação de tamanho por peneiras;
- Avaliar as propriedades físico-químicas das gomas extrudadas em termos de composição centesimal, e perfil de minerais;
- Avaliar os possíveis efeitos fisiológicos dos produtos obtidos por meio do estudo da simulação da digestão de carboidratos *in vitro*;
- Estudar o efeito pré-biótico das gomas extrudadas utilizando uma cepa de *Bifidobacterium Bb12* e compará-lo ao crescimento deste mesmo microrganismo em meio contendo suplementos comerciais à base de fibras solúveis.

3. REVISÃO DE LITERATURA

3.1 Hábitos alimentares da população brasileira

Segundo o Ministério da Saúde (BRASIL, 2014), nas últimas décadas o Brasil passou por diversas mudanças que evidenciaram transformações no modo de vida da população. A ampliação de políticas sociais na área de saúde, educação, trabalho, emprego e assistência social contribuíram para a redução das desigualdades sociais e permitiu que o país crescesse de forma inclusiva. Também se observou rápida transição demográfica, epidemiológica e nutricional, apresentando como consequência maior expectativa de vida e redução do número de filhos por mulher, além de mudanças importantes no padrão de saúde e no consumo alimentar da população brasileira. Com isso, as principais doenças que atualmente acometem os brasileiros deixaram de ser agudas e passaram a ser crônicas. Apesar da intensa redução da desnutrição em crianças, as deficiências de micronutrientes e a desnutrição crônica ainda são prevalentes em grupos vulneráveis da população, como em indígenas, quilombolas, crianças e mulheres que vivem em áreas vulneráveis. Simultaneamente, o Brasil vem enfrentando aumento expressivo do sobrepeso e da obesidade em todas as faixas etárias, e as doenças crônicas são as principais causas de morte entre adultos (BRASIL, 2014).

Dados do último Censo Demográfico Brasileiro (IBGE, 2012) registram uma população brasileira residente de 191.976.000 de habitantes, em que 51,32% são mulheres e 48,7% são homens. Os dados ainda apresentam uma taxa de fecundidade de 1,94 filhos/mulher e os óbitos registrados em crianças menores de um ano decresceram de 7,4 (1999) para 4,1/100 mil habitantes (2008). Além disto, a esperança de vida ao nascer apresenta uma média de 73,1 anos para a população, sendo que as mulheres vivem aproximadamente oito anos a mais (77 anos) que os homens (69,4 anos). Esta mudança da conformação da pirâmide social é um fenômeno denominado Bônus Demográfico, momento em que a estrutura etária da população atua no sentido de facilitar o crescimento econômico.

Isso acontece quando há um grande contingente da população em idade produtiva e um menor número de idosos e crianças e este fenômeno será observado nos

próximos 30 anos (IBGE/Fundo de População das Nações Unidas, 2008). Por outro lado, ao se avaliarem os dados de grupos de causas de óbitos na população adulta, os dados do Censo 2010 apontam que aproximadamente metade das mortes da população brasileira para ambos os sexos são devidas a duas causas principais: doenças do aparelho circulatório e doenças neoplásicas.

Quanto às doenças do aparelho circulatório segundo o Instituto do Coração (INCOR), existem basicamente três maneiras de ajudar na redução do risco da incidência de doenças cardíacas: uso de medicamentos, procedimentos intervencionistas e adoção de estilo de vida adequado. Estilo de vida saudável não apresenta contra indicações, é barato e pode ser adotado por todos, dos jovens aos idosos e incluem os aspectos de nutrição, a prática de exercícios físicos e o conhecimento dos fatores de risco e como modificá-los (INCOR, 2011). Dados da última Pesquisa de Orçamentos Familiares 2008-2009 (IBGE, 2011), sobre o consumo alimentar pessoal no Brasil, indicam que a ingestão média diária de fibras foi maior no sexo masculino, variando de 20,4 g a 23,5 g quando comparada à média do sexo feminino que se situou na faixa de 17,6 g a 18,8 g. Para o consumo de fibras e de açúcares totais, as áreas rurais concentraram as maiores médias de ingestão de fibras e as áreas urbanas, as maiores médias de ingestão de açúcares.

Com relação às neoplasias, segundo o Instituto Nacional do Câncer (INCA) em sua Estimativa 2016 sobre a Incidência de Câncer no Brasil, serão registrados 596 mil novos casos, dos quais entre os homens, são esperados 295.200 novos casos e, entre as mulheres, 300.800 (INCA, 2016).

Localização primária	casos novos	%			Localização primária	casos novos	%
Próstata	61.200	28,6%	Homens		Mama Feminina	57.960	28,1%
Traqueia, Brônquio e Pulmão	17.330	8,1%			Cólon e Reto	17.620	8,6%
Cólon e Reto	16.660	7,8%			Colo do Útero	16.340	7,9%
Estômago	12.920	6,0%			Traqueia, Brônquio e Pulmão	10.890	5,3%
Cavidade Oral	11.140	5,2%			Estômago	7.600	3,7%
Esôfago	7.950	3,7%			Corpo do Útero	6.950	3,4%
Bexiga	7.200	3,4%			Ovário	6.150	3,0%
Laringe	6.360	3,0%			Glândula Tireoide	5.870	2,9%
Leucemias	5.540	2,6%			Linfoma não Hodgkin	5.030	2,4%
Sistema Nervoso Central	5.440	2,5%			Sistema Nervoso Central	4.830	2,3%

Adaptada de: INCA (2016).

Figura 1. Distribuição proporcional dos dez tipos de câncer mais incidentes estimados para 2016 por sexo.

A estimativa para o Brasil (Biênio 2016-2017) aponta a ocorrência de cerca de 600 mil casos novos de câncer. Excetuando-se o câncer de pele não melanoma (aproximadamente 180 mil casos novos), ocorrerão cerca de 420 mil casos novos de câncer. O perfil epidemiológico observado assemelha-se ao da América Latina e do Caribe, onde os cânceres de próstata (61 mil) em homens e de mama em mulheres (58 mil) serão os mais frequentes. Sem contar os casos de câncer de pele não melanoma, os tipos mais frequentes em homens serão próstata (28,6%), pulmão (8,1%), intestino (7,8%), estômago (6,0%) e cavidade oral (5,2%). Nas mulheres, os cânceres de mama (28,1%), intestino (8,6%), colo do útero (7,9%), pulmão (5,3%) e estômago (3,7%) (INCA, 2016).

A Organização das Nações Unidas para Alimentação e Agricultura e a Organização Mundial da Saúde (FAO/WHO, 2016) no seu plano de ação global para a prevenção e controle de doenças não transmissíveis (2013-2020) destaca que a modificação da dieta é uma abordagem importante para a diminuição do risco de incidência do câncer. Existe uma correlação entre excesso de peso e obesidade para muitos tipos de câncer como o esôfago, coloretal, mama, endométrio e rins. As dietas ricas em frutas e hortaliças podem ter um efeito de diminuição do risco contra muitos tipos de câncer. Além disso, hábitos de vida saudáveis, exercícios físicos regulares e manutenção do peso corporal, além de diminuir o risco de câncer também diminuirá o risco de doenças cardiovasculares. Políticas e programas nacionais devem ser implementadas para aumentar a consciência e reduzir a exposição a fatores de risco de câncer e para garantir que as pessoas têm a informação e apoio de que necessitam para adotar estilos de vida saudáveis (FAO, 2016).

3.2 Hidrocoloides

Os hidrocoloides são políssacarídeos naturais abundantes, formados por unidades de monossacarídeos em arranjos lineares ou ramificados, pertencentes à classe dos carboidratos (FENNEMA, 1996), podendo ser classificadas em naturais e modificadas. Os naturais podem ser obtidos de exsudados de árvore (gomas arábica, karaya, adraganta, ghatti, goma do cajueiro), de sementes (gomas guar, do marmeleiro,

jataí ou locusta), de algas vermelhas (agar e carragenas) e marrons (alginatos), por fermentação microbológica (xantana e dextrana), de tubérculos (konjac), de raízes (inulina), de frutas (pectina) e de exoesqueleto de animais (quitina). As modificadas (carboximetilcelulose, hidroximetilcelulose e hidroxietilcelulose) são as derivadas de polissacarídeos insolúveis, como por exemplo, a celulose (FENNEMA, 1996).

Gomas apresentam habilidade em formar sistemas coloidais (hidrocoloides) e apresentam caráter translúcido, inodoro, atóxico, hidrofílico e amorfo. Apresentam suspensões altamente viscosas (quando suspensas em solventes), com funções espessantes (ligação com moléculas de água), gelificantes (construção de rede, envolvendo zonas de ligação), emulsificantes (aumento da viscosidade, que retarda floculação e coalescência), estabilizantes (inibição da separação de fases) e aglutinantes (TOWLE; WHISTLER, 1973). Apresentam também, controle de cristalização, inibição de sinérese, encapsulação e formação de filmes (FOOD INGREDIENTS BRASIL, 2011). Mais recentemente as gomas vêm sendo empregadas como fonte de fibra alimentar solúvel, utilizadas em sistemas de liberação controlada de princípios ativos (MIRHOSSEINI; AMID, 2012) e em nanoemulsões (HASHTJIN; ABBASI, 2015; OZTURK *et al.*, 2015 e ZHANG *et al.* 2015).

Uma dieta rica em fibras tem adquirido atenção dos pesquisadores pela associação entre o aumento da ingestão de fibra alimentar e redução na incidência de doenças do coração e da diabetes mellitus (ROBERTS *et al.*, 2012), pois as fibras auxiliam no funcionamento do intestino, modificando o mecanismo da digestão e da absorção de nutrientes. Além desses benefícios, estudos indicam que os hidrocoloides possuem efeito hipolipemiante (BELGHITH *et al.*, 2012) e antioxidante (DAHECH *et al.*, 2013) melhoram a doença renal crônica (ALI *et al.*, 2013), ajudam a controlar a glicemia (FEINGLOS *et al.*, 2013) regulam o apetite e aumentam a saciedade (JENSEN *et al.*, 2012; TÁRREGA *et al.*, 2014) e melhoram a fermentação e a microbiota intestinal (BELOBRAJDIC *et al.*, 2012).

As gomas extraídas de espécies marinhas são extratos de algas vermelhas (o agar e a goma carragena) e de algas marrons (os alginatos). A goma carragena é extraída de algas vermelhas (*Rhodophyta*) presentes na costa do Atlântico Norte, América do Sul e Oriente Médio. Em águas frias, espécies de *Gigartinaceae* dos gêneros *Gigartina*, *Chondrus* e *Iridaea*, são as principais produtoras deste coloide. As carragenófitas que

crecem em águas mais quentes são a *Hypneamusciformis* (*Hypneaceae*), a *Euchema* e a *Kappaphycus* (*solieriaceae*)(ADITIVOS & INGREDIENTES, 2011).

3.3 Goma Carragena

A goma carragena é um hidrocoloide descoberto em 1785, oriundo da região norte da Irlanda. No início, essas algas eram utilizadas pela população para aumentar a viscosidade do leite que era ali consumido. Existem em torno de 15 tipos de frações de carragena, além das híbridas, e por isso diversos pesquisadores propuseram sistemas de nomenclatura baseando-se na estrutura química dos polissacarídeos (KNUTSEN; MYSLABODSKI; LARSEN, 1994).

As carragenas são extraídas das algas vermelhas carragenofitas dos gêneros *Kappaphycus*, *Gigartina*, *Eucheuma*, *Chondrus* e *Hypnea* (Figura 2). As carragenas apresentam uma estrutura central formada por galactose, mas diferem na proporção e localização de grupos ésteres de sulfato e na proporção de 3,6-anidrogactose apresentando três tipos principais: *kappa*, *iota* e *lambda* (Tabela 1). Esses são os tipos mais utilizados na indústria (BLACKMORE; HARPELL, 2010).



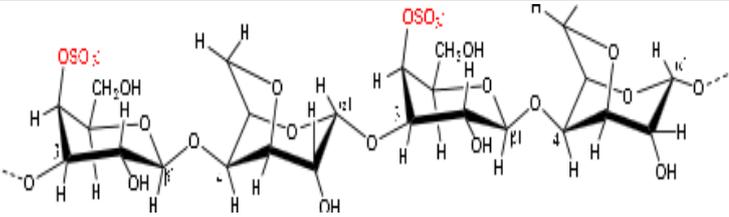
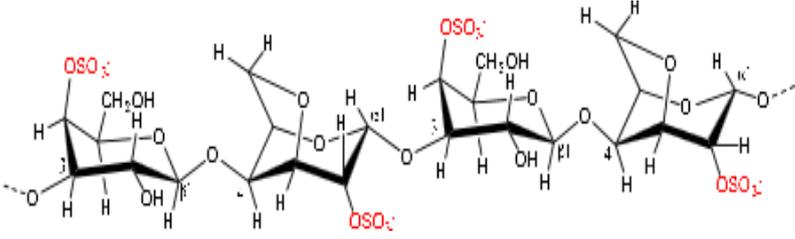
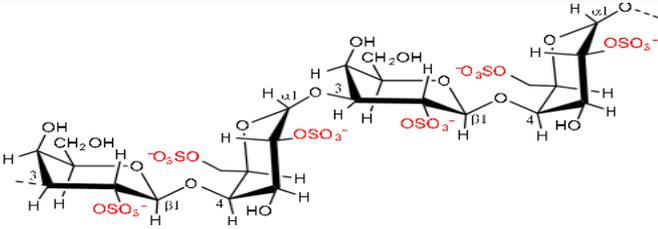
Créditos: Carlos Wanderlei Piler de Carvalho

Figura 2. Fotografia da alga *Kappaphycus alvarezii*, de onde é extraída a goma carragena.

A *kappa* e a *iota* carragena formam géis termorreversíveis na presença de potássio e cálcio, em que o mecanismo de geleificação se faz por intermédio de duplas hélices formando uma rede tridimensional. A *lambda*-carragena não forma gel, por ser

altamente sulfatada, atuando como espessante, emulsificante e apresentando qualidades sensoriais semelhantes às gorduras, o que torna interessante sua aplicação na indústria de carnes e de laticínios. As carragenas são solúveis em água a 80°C e as suas soluções são viscosas, com perfil pseudoplástico. Sob refrigeração, as carragenas formam gel por associação com proteínas, principalmente na presença de fosfatos (BLACKMORE; HARPELL, 2010).

Tabela 1. Algas que dão origem à goma carragena e suas estruturas químicas

Origem	Produtos	Estruturas químicas
<i>Kappaphycus alvarezii</i>	κ-Carragena	 The diagram shows the repeating unit of kappa-carrageenan. It consists of a chain of four pyranose rings. The first ring is a D-glucopyranose unit with a sulfate group (-OSO ₃ ⁻) at the C2 position. This is linked via a beta-1,3-glycosidic bond to a D-galactopyranose unit with a sulfate group at the C2 position. This is further linked via a beta-1,3-glycosidic bond to another D-glucopyranose unit with a sulfate group at the C2 position. Finally, it is linked via a beta-1,3-glycosidic bond to a D-galactopyranose unit with a sulfate group at the C2 position. The chain continues with 'n' more units.
<i>Euchemaspinosum</i>	ι-Carragena	 The diagram shows the repeating unit of iota-carrageenan. It consists of a chain of four pyranose rings. The first ring is a D-glucopyranose unit with a sulfate group (-OSO ₃ ⁻) at the C2 position. This is linked via a beta-1,3-glycosidic bond to a D-galactopyranose unit with a sulfate group at the C2 position. This is further linked via a beta-1,3-glycosidic bond to another D-glucopyranose unit with a sulfate group at the C2 position. Finally, it is linked via a beta-1,3-glycosidic bond to a D-galactopyranose unit with a sulfate group at the C2 position. The chain continues with 'n' more units.
<i>Gigartina spp.</i> <i>Chondrus spp.</i>	λ-Carragena	 The diagram shows the repeating unit of lambda-carrageenan. It consists of a chain of four pyranose rings. The first ring is a D-glucopyranose unit with a sulfate group (-OSO ₃ ⁻) at the C2 position. This is linked via a beta-1,3-glycosidic bond to a D-galactopyranose unit with a sulfate group at the C2 position. This is further linked via a beta-1,3-glycosidic bond to another D-glucopyranose unit with a sulfate group at the C2 position. Finally, it is linked via a beta-1,3-glycosidic bond to a D-galactopyranose unit with a sulfate group at the C2 position. The chain continues with 'n' more units.

Fonte: Rhein-Knudsen *et al.* (2015).

De acordo com o “Plano de Desenvolvimento da Aquicultura Brasileira-2015/2020” (BRASIL, 2015), os negócios envolvendo o pescado movimentam cerca de US\$ 600 bilhões todos os anos. E, neste cenário, a aquicultura é a que apresenta melhores condições de aumentar a participação brasileira. O Brasil é hoje o 12º maior produtor mundial em aquicultura, mas os 8.500 km de costa marítima e a maior reserva

de água doce, dentre outras características, colocam-nos em posição privilegiada para avançar muito nesse ranking. Apesar da pequena escala, o cultivo de algas (algcultura) possui grande valor de mercado, com relevante potencial para a produção de cosméticos e produtos alimentícios.

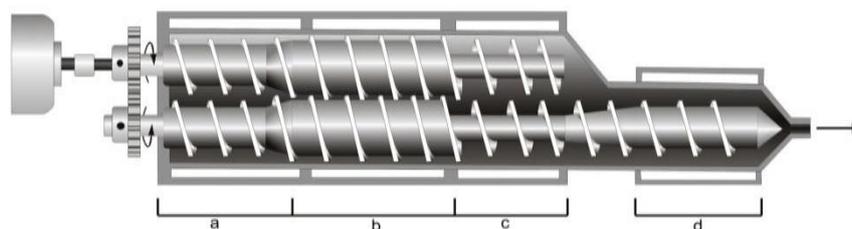
A principal fonte de matéria prima para produção da goma carragena no mundo é a alga vermelha *Kappaphycus alvarezii* (BIXLER; PORSE, 2010). Embora, não seja uma alga nativa do Brasil, seu cultivo é permitido no Litoral Sul Fluminense (IN n°185 de Julho de 2008/MMA), onde se concentra a produção nacional legalizada de *K. alvarezii* (PELLIZZARI; REIS, 2011). Além de Rio de Janeiro e São Paulo, os Estados do Ceará e do Rio Grande do Norte, são os responsáveis pelo cultivo da alga *Gracilaria* spp. O potencial da algicultura, no entanto, estende-se por todo o litoral brasileiro. Existem outros gêneros de macroalgas presentes no litoral nordestino, como a *Hypnea musciformis* e o *Sargassum* spp., que podem ser cultivados paralelamente.

As macroalgas marinhas ou simplesmente algas, são organismos semelhantes às espécies do reino vegetal que vivem geralmente ligadas a rochas ou outro substrato na zona costeira. Pertencem a três grupos diferentes com base nos seus pigmentos, características estruturais e bioquímicas. Os atributos comerciais das algas se dão, principalmente, em razão dos polissacarídeos sulfatados. Os extratos das macroalgas *Gracilaria* spp., *Hypnea* spp., *Kappaphycus alvarezii* e *Sargassum* spp. são denominados respectivamente de ágar, agarose, carragena e alginato, sendo principalmente utilizados como ingredientes na indústria alimentícia e cosmética, por apresentarem propriedades emulsificantes e estabilizantes (RHEIN-KNUDSEN *et al.*, 2015).

Os hidrocoloides estão presentes em diversos produtos do nosso cotidiano como iogurte, geleias, maionese, sorvete, molhos dentre outros. Eles são amplamente utilizados por conta da sua capacidade de ligar-se com a água e formar sistemas coloidais. Assim, as características reológicas são úteis para modificar características sensoriais e também nutricionais dos alimentos (VALDEZ, 2012). Além dos atributos citados acima, a literatura científica vem evidenciando os benefícios nutricionais devido ao alto valor de fibra alimentar que os hidrocoloides possuem já que é sabido que as fibras alimentares são ingredientes importantes para uma dieta saudável.

3.4 Extrusão termoplástica

A extrusão é um processo térmico do tipo H.T.S.T. (*High Temperature, Short Time*) que por combinação de umidade, calor e trabalho mecânico modifica as matérias primas proporcionando novas formas e estruturas com características funcionais e nutricionais diferenciadas, apresentando alto volume de produção, com baixa quantidade de efluentes gerados e com menor pegada de carbono e de água. O princípio básico é converter um material sólido em fluído pela aplicação de calor e trabalho mecânico e impelí-lo a passar por uma matriz (FELLOWS, 2002). Uma representação esquemática de uma extrusora dupla rosca está representada na Figura 3. Esse equipamento é dividido em três zonas: (a) zona de alimentação composta por um funil, (a-c) zona de compressão onde se localiza o canhão com sua rosca, podendo ser monorroscas ou com duas roscas, e (d) zona de controle de vazão, onde fica a matriz que dará forma ao material extrudado. O processo de extrusão consiste em alimentar o funil do equipamento com material moído ou granulado que através da gravidade será transportado para a rosca dentro do cilindro aquecido por resistências elétricas, onde parte deste calor também é gerado pelo atrito do material contra as paredes do cilindro e pela rosca que o empurra para a matriz, que expelle o material extrudado.



Fonte: Ascheri; Carvalho (2014). *In*: Kurosawa; da Costa (2014).

Figura 3. Representação esquemática de uma extrusora dupla rosca: (a) zona de alimentação, (b) zona de cisalhamento, (c) zona de despressurização, (d) zona de moldagem.

A extrusão termoplástica tem encontrado um vasto campo de aplicações, seja para a produção de alimentos para o consumo animal ou para o consumo humano. A extrusão de alimentos permite maior facilidade na produção de misturas alimentícias destinadas ao consumo humano, produzindo uma variedade de produtos, tais como:

alimentos infantis, proteínas vegetais texturizadas, bebidas em pó instantâneas, amidos modificados para uso industrial, cereais pré-cozidos, *snacks*, farinhas instantâneas e amidos pré-gelatinizados utilizados na formulação de sopas de preparo rápido, molhos semiprocessados, produtos de confeitaria e outros (FELLOWS, 2006; VERNAZA *et al.*, 2009).

Tradicionalmente este processo promove a gelatinização do amido, a desnaturação e reorientação das proteínas, a inativação enzimática, a destruição de fatores antinutricionais e a diminuição da contagem microbiana. Além disso, proporciona o rompimento da estrutura cristalina de amidos, cisalhamento, homogeneização de misturas, fusão de gorduras, plasticização e expansão da estrutura da matriz alimentícia (FELLOWS, 2002).

A extrusão termoplástica é um processo muito versátil e o equipamento pode se comportar como trocador de calor devido às trocas térmicas envolvendo as paredes do cilindro, a rosca e o material. Também, desempenha a função de reator químico de processamento de alimentos em condições de altas temperaturas (até 250 °C), altas pressões (até 25,0 MPa), num tempo de residência curto (1 a 2 min) (Figura 4). Nessas condições, há durante o processo, abertura das estruturas terciárias e quaternárias dos biopolímeros resultando na quebra e rearranjo das pontes de hidrogênio e dissulfetos, permitindo a plastificação e a formação de texturas desejáveis (SEBIO, 2003; BORBA, 2005).



Créditos: Maria Eugênia Araújo Silva Oliveira

Figura 4. Extrusora dupla rosca modelo Evolun HT25 (Clextral Company).

A modificação dos polissacarídeos pode ser feita por vários métodos físicos como ultrasonicação, irradiação, tratamento termopressurizado e coextrusão. A utilização da extrusão termoplástica como ferramenta para modificação de polissacarídeos não-amiláceos, causa grandes modificações na morfologia, no tamanho de partícula e no grau de cristalinidade (TATIRAT *et al.*, 2012). Em estudo pioneiro, Sereno *et al.* (2007) sugeriram que a extrusão rompeu a estrutura e realinhou as moléculas da goma xantana, como consequência, uma estrutura em rede foi formada e mantida pela associação de regiões ordenadas ou cristalinas.

Nos últimos anos, a literatura tem apresentado um aumento de estudos relacionados ao emprego da tecnologia de extrusão termoplástica para a modificação física ou química (extrusão reativa) de hidrocoloides, incluindo a obtenção de fibra alimentar a partir de coprodutos ou resíduos da agroindústria (WOLF, 2010), como goma guar (BOURBON *et al.*, 2010; PARADA *et al.*, 2011; ROBERTS, 2011), goma da linhaça (WU *et al.*, 2010), goma do feno grego (CHANG *et al.*, 2011; ROBERTS *et al.*, 2012; ROBERTS *et al.*, 2014), carboximetilcelulose (BANDHARI *et al.*, 2012) e goma konjac (TATIRAT *et al.*, 2012).

As alterações nas propriedades físicas e químicas dos alimentos extrudados dependem das condições de tratamento termomecânico adotado e são utilizadas como estratégia para melhorar a qualidade do produto (TH, 1990). Zhang *et al.* (2011) analisaram as propriedades de fibra dietética de farelo de aveia extrudado através de análises de expansão, absorção de água e, fibras dietéticas por método enzimático e, observaram que a extrusão aumentou o conteúdo de fibra dietética total, a solubilidade e a absorção em água. Chen *et al.* (2014) estudaram o processo de extrusão para melhorar as propriedades físico-químicas de fibra alimentar solúvel do resíduo de soja, avaliando sua digestão *in vivo*, utilizando ratos como modelo experimental. Os autores verificaram que a extrusão aumentou o teor de fibra dietética solúvel, melhorou a solubilidade, a retenção de água e o poder de inchamento. As análises de digestão *in vivo* foram feitas a partir do plasma sanguíneo de quarenta ratos machos brancos tratados com diferentes dietas (vinte alimentados com uma dieta rica em colesterol e 20 tratados com a dieta rica em colesterol e os resíduos de soja), por período de um mês. Os autores também relatam que a extrusão provocou mudanças físico-químicas

(aumento da capacidade de inchamento e solubilidade) e morfológicas (aparecimento de pequenas depressões e poros na superfície) na fibra dietética solúvel que levaram à ligação dos cristais de colesterol em excesso.

3.5 Propriedades Físicas de Pós

A maioria dos pós alimentícios não são ingredientes diretamente consumidos, sendo geralmente misturados à água ou a outras soluções para, então, serem ingeridos. O estudo das propriedades físicas dos pós é importante, pois estas propriedades intrinsecamente afetam o comportamento do pó durante o armazenamento, manipulação e processamento (FITZPATRICK, 2005).

Segundo Lucas *et al.* (2001), uma solução verdadeira é aquela formada quando existe interação entre os componentes. Soluções verdadeiras de polímeros possuem características específicas diferentes de soluções com componentes de baixa massa molecular. Essa diferença de característica é devida a diferença do tamanho molecular e incluem:

- (i) Inchamento antes da dissolução
- (ii) viscosidade alta
- (iii) difusão lenta
- (iv) incapacidade de atravessar uma membrana semi-permeável

Sendo assim, o processo de dissolução de polímeros ocorre da seguinte forma:

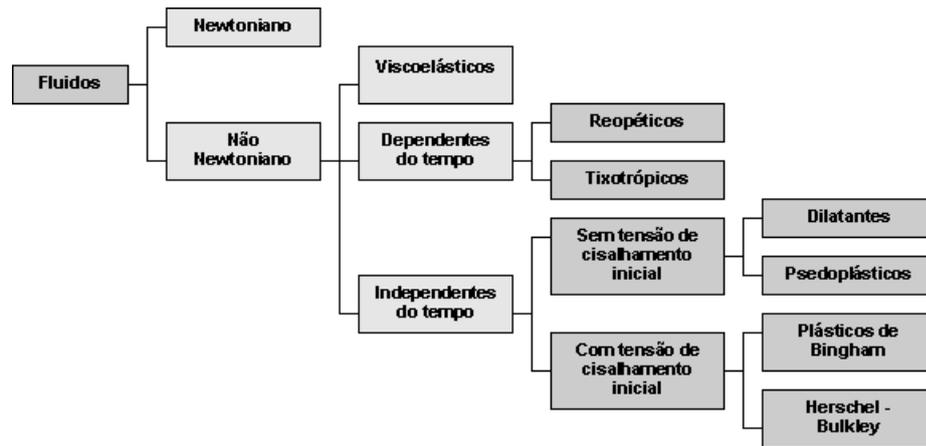
- (i) o polímero entra em contato com o solvente e ocorre o inchamento, ou seja, o polímero absorve moléculas do solvente e aumenta sua massa e volume;
- (ii) o polímero já inchado coexiste durante um tempo com a camada do líquido puro;
- (iii) após um certo tempo, quando as cadeias poliméricas conseguem adquirir maior mobilidade, elas começam a difundir lentamente no solvente, até formar uma solução homogênea.

O estudo da viscosidade como um dos fatores que interfere na caracterização de um material polimérico particulado (LUCAS, 2001). Um fluido pode ser uma substância de baixa massa molar ou uma solução de polímero. A viscosidade de um sistema polimérico depende de vários fatores, tais como:

- (i) massa molecular do polímero;
- (ii) tensão e velocidade de cisalhamento
- (iii) temperatura
- (iv) natureza do solvente

Se a viscosidade independe das condições de deformação, o fluido é chamado newtoniano. Se, por outro lado, a viscosidade varia com a velocidade e tensão de cisalhamento, diz-se que o sistema apresenta comportamento de fluido não newtoniano. E os fluidos podem ser divididos em:

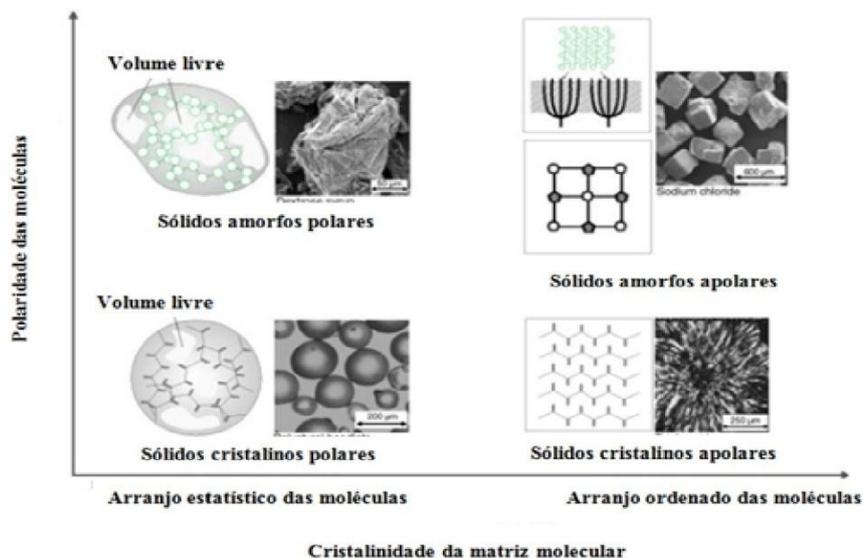
- (i) ideal: não há viscosidade e a tensão de cisalhamento é nula em qualquer ponto
- (ii) dilatantes: apresenta aumento da viscosidade quando a taxa de aumento
- (iii) newtonianos: comportamento proporcional entre tensão e taxa de cisalhamento
- (iv) pseudoplástico: apresenta uma diminuição da viscosidade quando a taxa de cisalhamento aumenta
- (v) plástico: começam a fluir e perder viscosidade dependendo da taxa de cisalhamento
- (vi) bingham: é um fluido newtoniano com uma tensão inicial maior que zero
- (vii) casson: possuem características plásticas com a redução da viscosidade no aumento da taxa de cisalhamento



Adaptado de Machado (2009)

Figura 4. Classificação dos fluidos

A interação entre sólidos e líquidos também depende da polaridade e do volume livre dentro da estrutura do pó. As moléculas do solvente dificilmente podem penetrar em estruturas moleculares com um pequeno volume específico. A maioria dos carboidratos, ácidos orgânicos e inorgânicos e seus sais e vários sais minerais são substâncias polares que se dissolvem em soluções aquosas. Neste contexto, diferenciamos, por um lado, as substâncias polares/apolares e, por outro lado, as estruturas amorfas/cristalinas. O estado cristalino e o estado amorfo são caracterizados por propriedades mecânicas e termodinâmicas diferentes e, essas diferenças influenciam as propriedades físicas das estruturas amorfas e cristalinas e a sua interação com solventes. A Figura 5 ilustra e classifica os sólidos em 4 categorias: (i) sólidos amorfos polares (hidratos de carbono e ácidos orgânicos); (ii) sólidos amorfos apolares (poliestireno, polipropileno e ceras); (iii) sólidos cristalinos polares (sais minerais, ácidos orgânicos e uréia) e (iv) sólidos cristalinos apolares (mono e triglicerídeos) (PALZER, 2011).



Adaptado de Palzer (2011)

Figura 5. Classificação dos sólidos de acordo com sua polaridade e ordem molecular.

Segundo HAUGAARD *et al.* (1978), a qualidade dos pós alimentares pode ser definida em termos de (i) higroscopicidade, (ii) dispersibilidade e (iii) fluidez:

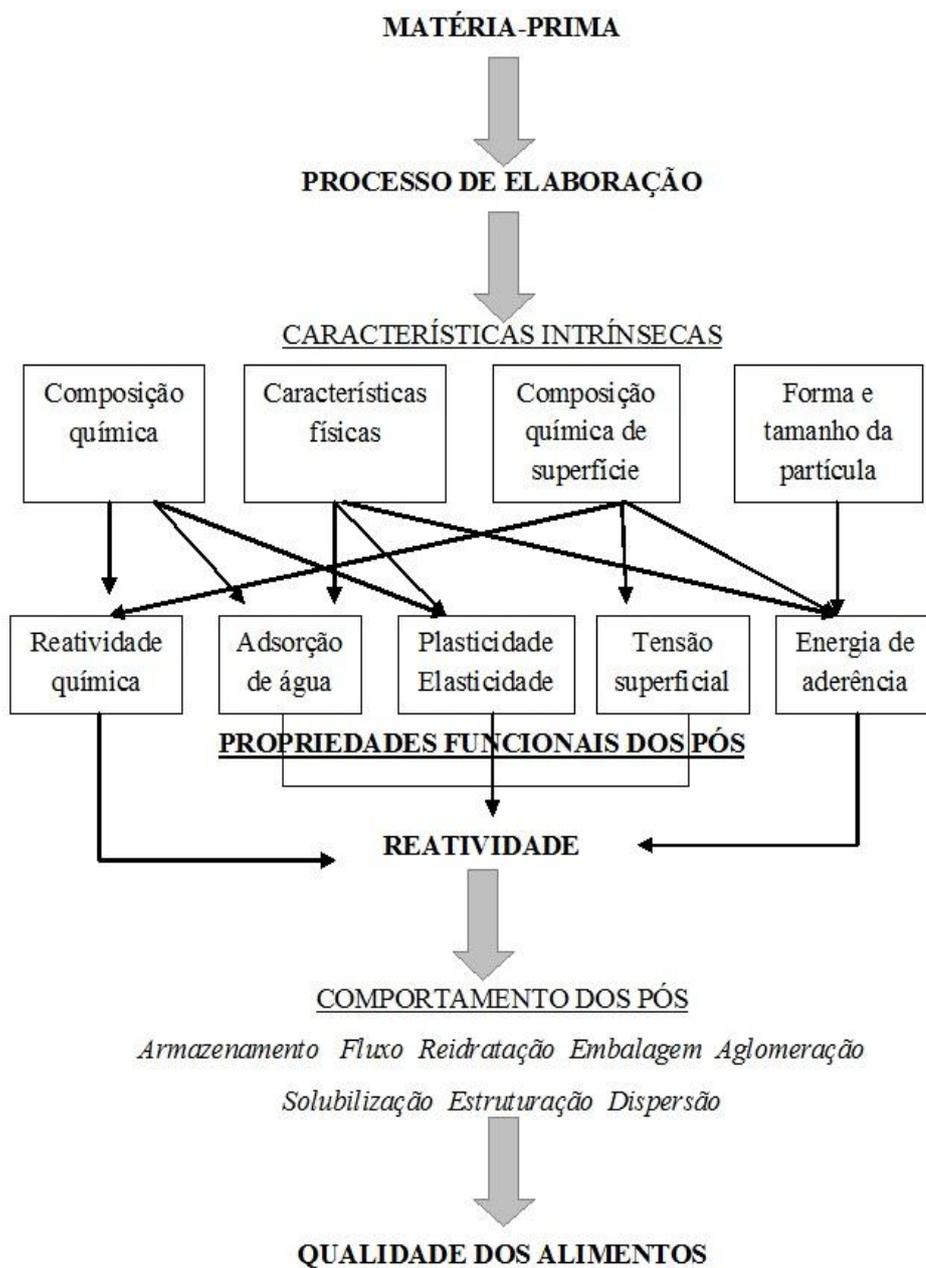
- (i) capacidade do pó em absorver a umidade do ambiente em condição de alta umidade relativa;
- (ii) capacidade do pó em absorver o líquido, sem a formação de grumos;
- (iii) propriedade importante controlada pelo tamanho de partícula, ângulo de repouso e teor de umidade do pó.

Segundo CUQ *et al.* (2011), a descrição das características dos pós alimentícios não é uma tarefa simples. Os pós alimentícios são definidos por uma grande variabilidade nas suas propriedades causada por (i) a complexidade da composição química das matérias-primas; (ii) a heterogeneidade das estruturas nativas do produto; (iii) a reatividade que ocorre sob alta temperatura ou com a adição de água:

- (i) as propriedades hidrofílicas de alguns componentes (por exemplo, açúcares, polissacarídeos, proteínas, etc.) são responsáveis pelo carácter higroscópico dos pós alimentícios. A capacidade dos componentes para estabelecer (ou não) interações com moléculas de água define o comportamento dos pós em relação à água (molhabilidade, isotermas de sorção, capacidade de reidratação, capacidade de absorção de água, etc.);

- (ii) A complexidade das estruturas dos materiais resulta da coexistência entre estruturas amorfas (proteínas), cristalinas (celulose, lipídios e açúcares), semi-cristalinas (amido) e celulares. Estas estruturas são estabilizadas por interações de baixa energia e/ou ligações covalentes.
- (iii) Devido a sua natureza química os pós alimentícios são muito sensíveis às variações do conteúdo de água e de temperatura, resultando em modificações reversíveis (mecanismos de transição vítrea e liquefação de estruturas amorfas e cristalinas de proteínas e amidos) ou irreversíveis (desnaturação térmica ou reticulação de proteínas) na sua estrutura e nas propriedades do material.

A descrição das características intrínsecas e das propriedades reativas dos pós alimentares ainda representa um interesse científico. Além dos parâmetros clássicos (por exemplo, tamanho, densidades, forma, porosidade.), quase não existem métodos analíticos especificamente desenvolvidos para investigar a complexidade dos pós alimentares (complexidade química, complexidade da estrutura, reatividade físico-química). O desenvolvimento desses métodos especificamente adaptados aos pós alimentares devem complementar sua descrição em dois níveis diferentes (características intrínsecas e propriedades de reação) conforme demonstrado na Figura 6.



Adaptado de Cuq *et al.* (2011)

Figura 6. Parâmetros físicos que descrevem as propriedades intrínsecas e funcionais das partículas, responsáveis pela reatividade com a água e comportamento dos pós alimentares.

3.6 Efeito prebiótico

Os prebióticos foram definidos como “um ingrediente alimentar que melhora a saúde do hospedeiro com um efeito benéfico ao estimular seletivamente o crescimento e/ou atividade de um ou mais números limitados de bactérias no cólon” (GIBSON; ROBERFROID, 1995). Desde então, o efeito prebiótico foi atribuído a um grupo de alimentos, dentre eles os polissacarídeos (incluindo fibras alimentares).

A Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) com sua portaria nº398 de 30/04/99, contempla as fibras alimentares como alimento funcional. Ou seja, alimento que além de cumprir sua função principal que é nutrir; oferece benefício extra à saúde. Apesar de existirem diferentes definições, a ANVISA define fibras alimentares como “qualquer material comestível que não seja hidrolisado pelas enzimas endógenas no trato digestivo humano.” Nela também está contida a seguinte alegação: “As fibras alimentares auxiliam o funcionamento do intestino. Seu consumo deve estar associado a uma alimentação equilibrada e hábitos de vida saudáveis” (BRASIL, 1999).

Existe no mercado brasileiro diversos produtos à base de fibra alimentar e que possuem alegação de efeito prebiótico. Entretanto, esses produtos apresentam alto valor agregado (Tabela 2), o que dificulta o acesso por grande parte da população.

Tabela 2. Produtos à base de fibra solúvel encontrados no mercado brasileiro

Produto	Fabricante	Composição	Apresentação	Preço/kg*	Instruções de uso
FiberMais	Nestlé	Goma guar e inulina	Frasco de 266g	297,52	Pode ser utilizado em diferentes alimentos
Benefiber	Novartis	Dextrina resistente	Frasco de 155g	481,30	Utilizado em preparações quentes e frias
FiberCaps	Midway	Fibra de aveia , goma acácia, fibra de maçã	Caixa com 90 cápsulas	512,01	Utilizar gradativamente
Fosvita	Vitafor	Frutooligossacarídeos	30 sachês de 7 g (210g)	371,43	Dissolver em 100 mL de água
Metamucil	Procter and Gamble	<i>Plantago ovata</i> Forsk	Frasco de 154g	330,84	Pó solúvel instantâneo

* Preços médios obtidos no mercado varejo em Outubro/2016 no município do Rio de Janeiro.

Diversos estudos têm avaliado o efeito prebiótico de fibras alimentares. Lima et al. (2015) avaliaram o efeito de inulina e oligossacarídeos na absorção de ferro durante um período de 3 semanas da fase de crescimento de ratos *Wistar* e concluíram que os pré-bióticos podem interferir com a expressão de várias proteínas intestinais envolvidas na regulação da absorção de ferro em ratos anêmicos durante esta fase de crescimento. Seok et al. (2015) realizaram um estudo para investigar os efeitos pré-bióticos de oligossacarídeos lineares (LAOS) e oligossacarídeos desramificados (LAR) obtidos de beterraba para o desenvolvimento de novas fontes de pré-bióticos. Neste estudo, 24 espécies diferentes de bactérias sendo 16 comensais (*Lactobacillus brevis* ATCC 14869, *Lb. acidophilus* ATCC 4356, *Lb. reuteri* ATCC 23272, *Lb. Rhamnosus* ATCC 53103, *Lb. delbrueckii* subsp. *lactis* ATCC 7830, *Enterococcus faecalis* ATCC 29212, *Bifidobacterium breve* ATCC 15700, *B. longum* subsp. *infantis* ATCC 15697, *B.bifidum* ATCC 29521, *B. longum* ATCC 15707, *Bacteroides cellulolyticus* DSM 17136, *Ba. fragilis* ATCC 25285, *Ba. coprocola* DSM 17136, *Ba. vulgatus* ATCC 8482, *Ruminococcus gnavus* KCTC 5920, *Clostridium butyricum* ATCC 19398) e oito

bactérias patogênicas (*C. perfringers* ATCC 13124, *C. difficile* ATCC 9689, *C. ramosum* ATCC 25582, *Bacillus cereus* ATCC 10876, *Escherichia coli* ATCC 11775, *Listeria monocytogenes* ATCC 19115, *Salmonella typhimurium* ATCC 14028, *Staphylococcus aureus* ATCC 6358) As culturas de foram incubadas durante a noite até a densidade óptica a 580 nm atingir 0,5. Para estudar o crescimento das estirpes bacterianas individuais na presença de LAOS e LAR (0,2% p / v), preparou-se o meio basal sem açúcar (BHI). LAOS e LAR foram dissolvidos em meio BHI durante 1 h antes da inoculação com suspensão bacteriana a 1% p / v em solução salina tamponada com fosfato (PBS). A fermentação foi conduzida sob condições anaeróbicas a 37 ° C e o caldo de cultura recolhido às 48 h que foi utilizado para medir o crescimento microbiano numa placa de microtitulação a 580 nm. LAOS e LAR foram seletivamente utilizados por *B. longum*, *B. infantis*, *B. bifidum* e *B. breve*. Este estudo demonstrou que LAOS, preparado a partir de LAR são substratos alimentares promissores para a melhoria da saúde intestinal humana, pois aumentou a população de bifidobactérias intestinais dentre elas *Lactobacillus brevis*, *Bifidobacterium longum* e *Bacteroides fragilis*.

CARLSON *et al.* (2015) investigaram o efeito prebiótico de dextrina de trigo e goma guar parcialmente hidrolisada no crescimento de duas bactérias do intestino humano, *Lactobacillus* e *Bifidobacterium*. Foram coletadas amostras fecais de três voluntários saudáveis (2 homens e 1 mulher) com idades entre 18 a 28 anos que consumiram dietas não específicas ocidentais, sem tratamento antibiótico nos últimos 6 meses, não afetadas por nenhuma doença gastrointestinal e sem consumir qualquer prebiótico ou suplementos probióticos. As amostras fecais foram recolhidas anaerobicamente no período de 1 h do início da fermentação em batelada e homogeneizadas imediatamente após a colheita. Foi observado que ambos hidrocoloides, aumentaram os níveis dessas bactérias no intestino entre 12h e 24h após seu consumo, alteraram o pH fecal (5,78), o que contribui para a ação das bactérias ácido lácteas e diminuíram o volume total de gás produzido durante a fermentação. Após 12 h, o crescimento de *Bifidobacterium* em caldo MRS com dextrina de trigo apresentou estatisticamente ($p < 0,05$) maior efeito bifidogênico ($9,5 \text{ UFC log}^{10}/\text{mL}$) que goma guar parcialmente hidrolisada ($9,3 \text{ UFC log}^{10}/\text{mL}$). Entretanto ambas as gomas, propiciaram crescimento de *Lactobacillus* entre 12h e 24h sem diferença estatística

($p < 0,05$). Estes resultados demonstram o efeito prebiótico de ambas as gomas com base na cinética da fermentação em um curto tempo, 12h após a ingestão.

SANCHES LOPES *et al.* (2016) isolaram e caracterizaram fruto-oligosacarídeos (FOS) obtidos a partir das raízes de *Stevia rebaudiana* (FOS-S) e de suas raízes adventícias (FOS-R), estudando seus potenciais efeitos prebióticos. Para testar o efeito prebiótico *in vitro*, foram utilizados cinco cepas de lactobacilos (*Lbc. fermentum* RL25, *Lbc. animalis* CCDM 382, *Lbc. delbrueckii* subsp. *Bulgaricus* CCDM 66, *Lbc. casei* subsp. *paracasei* PE1TB-P, *Lbc. gasseri* PHM-7E1) e cinco cepas de bifidobactérias (*Bif. Bifidum* CCDM 559, *Bif. Animalis* subsp. *Lactis* Bb12, *Bif. Bifidum* JKM, *Bif. Breve* CCDM 562, *Bif. Bifidum* JOV). O meio utilizado para o estudo continha 10 g de triptona, 10 g de peptona, 5 g de extrato de levedura, 1mL de Tween 80, 0,5 g de cloridrato de l-cisteína e 1 L de água destilada (meio basal). As moléculas de FOS-S que foram obtidas de raízes de *S. rebaudiana* foram adicionadas à concentração de 2,0 g / L como a única fonte de carbono ao meio basal após filtração estéril. Utilizou-se caldo anaeróbico Wilkins Chalgren (Oxoid, Basingstoke, RU) como controle positivo e meio basal sem adição de FOS foi utilizado como controle negativo. Também utilizou-se no meio basal um produto comercial Orafti[®] P95 na concentração de (2,0 g / L) à base de FOS de raízes de chicória. Entre as cepas testadas, *Bifidum bacteria* CCDM 559 apresentou melhor curva de crescimento entre as médias avaliadas das Bifidobactérias. A densidade bacteriana desta estirpe em meio que continha FOS-R aumentou 1,4 vezes em relação ao meio sem a presença dos oligossacarídeos. Os Lactobacilos apresentaram melhores valores de multiplicação em relação às bifidobactérias. Todas as cinco estirpes avaliadas foram capazes de fermentar FOS-R, demonstrando o potencial pré-biótico de raízes adventícias que comumente não são utilizadas como fonte de FOS.

3.7 Digestibilidade de carboidratos *in vitro*

A técnica de digestibilidade de carboidratos *in vitro* consiste numa sucessão de biorreações que recriam o ambiente nos diferentes compartimentos do trato digestivo por onde o alimento passa. Em cada compartimento (boca, estômago e duodeno) as condições de temperatura, pH, força iônica e concentrações enzimáticas são recriadas e ajustadas (GUERRA *et al.*, 2012).

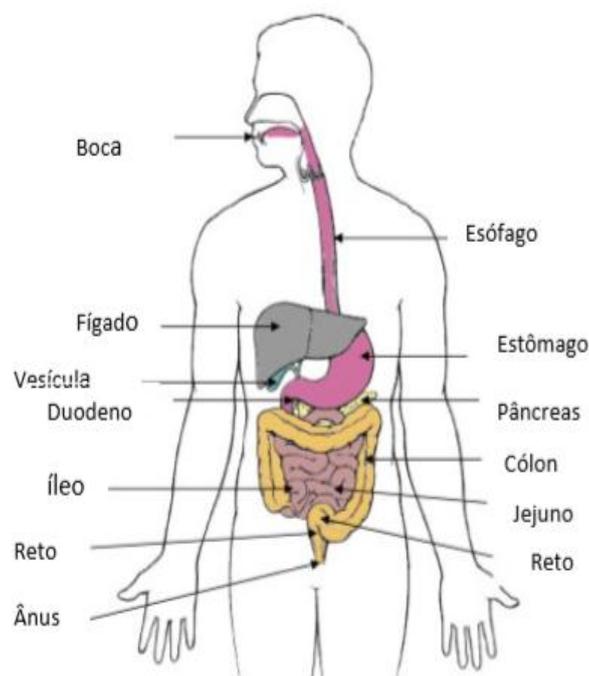


Figura 7. Sistema digestivo humano e órgãos anexos. (Fonte: DEAN, 2007)

No lugar da saliva e dos sucos gástrico e duodenal naturais, são utilizadas algumas soluções artificiais a fim de simular o meio natural onde ocorre na digestão humana. Essas soluções simuladoras do trato gastrointestinal contêm enzimas, aminoácidos, sais orgânicos, inorgânicos e ácido clorídrico. Na Figura 7 pode-se identificar três áreas distintas, a boca, o estômago e o intestino delgado, que estão interligados no sistema digestivo humano e são importantes na metodologia da digestão *in vitro*. A boca é um compartimento essencial de todo o processo da digestão humana, mas nem sempre é incluída nos métodos *in vitro*, pois o alimento permanece neste local durante um período curto de tempo, entretanto, é nela que começa o processo de digestão do amido. No estômago, o alimento está sujeito a pepsina em pH 2 por alguns minutos (normalmente 8 minutos) a várias horas (3 h), e no intestino delgado (duodeno, jejuno e íleo), fica sujeito a ação do suco intestinal composto por enzimas como tripsina, pancreatina e amilase, sais biliares e bicarbonato.

Como o modelo da digestão *in vitro* é definido como estático e bioquímico, os processos físicos não são reproduzidos (corte, mistura, hidratação, mudanças nas

condições de tempo e peristaltismo). Os modelos dinâmicos imitam os processos físicos *in vivo*, de modo que consideram novas variáveis, tais como alterações na viscosidade do digerido, redução do tamanho das partículas, difusão de nutrientes (FERNANDEZ-GARCIA; CARVAJAL-LÉRIDA; PÉREZ-GÁLVEZ, 2009). Essa técnica é amplamente utilizada para estudo da bioacessibilidade de compostos bioativos (carotenoides), pois os ensaios *in vivo* nem sempre podem ser realizados uma vez que envolvem questões éticas, variabilidade individual e alto custo.

Entretanto, estudos conduzidos de carboidratos utilizando esta técnica são poucos. Jang et al. (2015) analisaram a digestibilidade *in vitro* de macarrão elaborado com duas farinhas: uma de trigo e a outra de trigo integral adicionados de fibras (goma guar, alginato de sódio, goma xantana). Nesse estudo foi observado que a adição dos hidrocoloides citados acima retardaram a absorção do amido e modificaram positivamente a textura do produto após o cozimento. Assim, a combinação adequada de farinhas e hidrocoloides podem ser usadas para aumentar a hidrólise do amido e diminuir a liberação da glucose. Os autores salientam que o alginato atua como uma barreira física entre as enzimas digestivas e o amido devido à sua capacidade de microencapsular os grânulos de amido. A presença de goma guar em alimentos amiláceos induz uma taxa reduzida de hidrólise de amido através da viscosidade de digestão aumentada e o acesso limitado de enzimas ao amido devido à elevada disponibilidade de água a partir da natureza hidrofílica da goma guar. Por outro lado, as propriedades de hidratação de farinhas ou macarrão aumentaram significativamente pela adição de goma de xantana, acelerando assim a acessibilidade das enzimas digestivas em grânulos de amido e aumentando a taxa global da hidrólise.

4. MATERIAL E MÉTODOS

4.1. Matéria-prima

4.1.1 Goma carragena

A goma carragena refinada (Vogler, Chile) (Figura 8) foi adquirida comercialmente. Os produtos à base de fibra alimentar solúvel marcas 1 e 2 foram obtidos adquiridos no comércio varejista na cidade do Rio de Janeiro/RJ.



Créditos: Maria Eugênia Araújo Silva Oliveira

Figura 8. Goma carragena não extrudada refinada (Vogler, Chile)

4.2 Processo de Extrusão Termoplástica

A extrusão termoplástica foi realizada em uma extrusora dupla rosca modelo Evolun HT25 (Clextral, Firminy, França) equipada com uma matriz circular de 4 furos com 2 mm de diâmetro em cada furo. A extrusora foi alimentada de forma contínua por meio de um alimentador automático gravimétrico PWSD1 (ShenckProcess, Darmstadt, Alemanha). A água destilada foi dosada por meio de uma bomba de pistão acoplada à segunda zona de aquecimento da extrusora, cuja vazão foi ajustada no painel de controle.

Testes preliminares, para a definição das condições de contorno adotadas para o processamento da goma carragena por extrusão, foram realizados baseados no estudo de Andrade *et al.* (2012). As extrusões foram realizadas em duas vazões de umidade de água, uma alimentada com 1 L/h e outra com 3 L/h. Quanto à rotação do parafuso, para

se verificar o comportamento da goma carragena frente a baixo e alto cisalhamento, utilizou-se Os perfis de temperaturas das 10 zonas de aquecimento contidos na extrusora utilizada estão apresentados na Tabela 3.

Tabela 3. Perfil de temperaturas(°C) das zonas de aquecimento da extrusora utilizados na extrusão da goma carragena.

Tratamento	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
T*	20	30	60	70	70	70	70	70	70	70
T*	20	30	60	90	100	100	110	115	120	120
T1	40	60	90	90	90	90	90	90	90	90
T2	40	60	90	90	90	90	90	90	90	90
T3	40	60	90	90	90	90	90	90	90	90
T4	40	60	60	90	100	100	110	115	120	120
T5	40	60	90	120	120	120	120	120	120	120

*De acordo com Andrade et al.

Após a extrusão, as amostras foram secas em uma estufa com circulação de ar a 60°C durante 72h. Em seguida, foi realizada a moagem em moinho de disco 3600 (Pertten, Hunddinge, Suécia) e, posteriormente, em moinho de martelos 3100 (Pertten, Hunddinge, Suécia).

Após a moagem, as amostras visualmente não apresentaram uniformidade na sua granulometria e foram peneiradas em conjuntos de peneiras RO-TAP, modelo RX-29-10 (W.S Tyler, Mentor, EUA) para obtenção de partículas de 212 µm, 106 µm e fundo.

4.3 Tempo de dissolução do pó

A determinação do tempo de dissolução foi realizada de acordo com a metodologia descrita por Omobuwajo *et al.* (2000), adaptada. Para a realização desta técnica, 1 g de cada amostra foi dissolvido em 100 mL de água destilada presente em um béquer de 250 mL, com 75 mm de diâmetro interno, sobre um agitador magnético a 3 rpm. As temperaturas empregadas no teste foram de 25, 50 e 70 °C para simular a dissolução do pó em suco, sopa e chá, respectivamente. O tempo para total dissolução foi medido com um cronômetro digital.

4.4 Densidade Aparente

A densidade aparente foi medida utilizando uma proveta de 50 mL. Pesou-se a proveta vazia e anotou-se seu peso inicial e, depois, realizou-se nova pesagem da proveta contendo a amostra. O cálculo foi feito a partir da equação (1) abaixo.

$$D.A = \frac{m}{v} \quad (1)$$

A Figura 9 apresenta as diferentes definições da medida do volume (absoluto e aparente). Considerou-se que o volume absoluto do sólido é igual ao volume total (A) excluído do volume de poros abertos e fechados (C). Para a medida do volume aparente, considerou-se o volume total da partícula excluindo os poros abertos, mas incluindo os poros fechados (B) (WEBB, 2001).

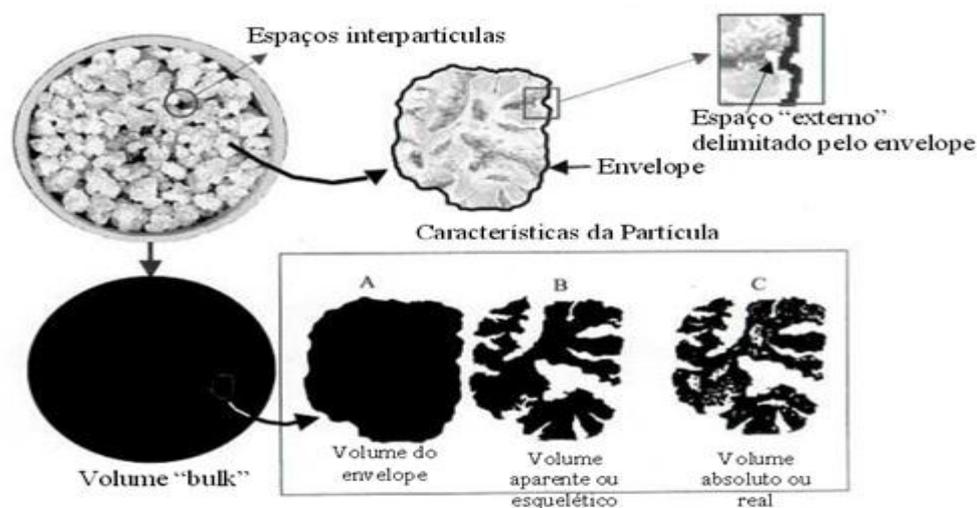


Figura 9. Representação esquemática dos diferentes tipos de volume (WEBB, 2001).

4.5. Cor Instrumental

A análise de cor instrumental das gomas extrudadas foi realizada utilizando um aparelho Color Quest XE (HunterLab, Reston, EUA), ajustado em modo especular excluída. Os valores das coordenadas polares L, a e b do sistema CIELab* foram obtidos e índice de brancura (*white index*) foi calculado através da fórmula (1). As análises foram realizadas no Laboratório de Análise Sensorial da Embrapa Agroindústria de Alimentos.

$$IB = 100 - \sqrt{(100 - L)^2 + a^2 + b^2} \quad (1)$$

4.6 Composição centesimal e perfil de microelementos

As análises de composição centesimal foram realizadas para as amostras que obtiveram maior e menor tempo de dissolução (T1 e T5) das gomas extrudadas, gomas não extrudadas (controle) e as duas amostras comerciais (A e B).

A umidade foi determinada conforme método 925.09 modificado (AOAC, 2005). Para determinação do teor de: (i) proteína foi utilizado o método 2001.11 modificado com fator de conversão 5,75 (AOAC, 2005), (ii) para cinzas, o método

923.03(AOAC, 2005), (iii) para extrato etéreo, método 922.06 (AOAC, 2005), (iv) para o perfil de microelementos, método 999.10 (AOAC, 2005) e (v) os valores energéticos e carboidratos por diferença foram calculados segundo a resolução RDC n°.360 de 23 de dezembro de 2003. A fibra alimentar foi determinada pelo método 985.29(AOAC, 2005), (Figura 10). As análises foram realizadas no Laboratório de Físico-química da Embrapa Agroindústria de Alimentos.

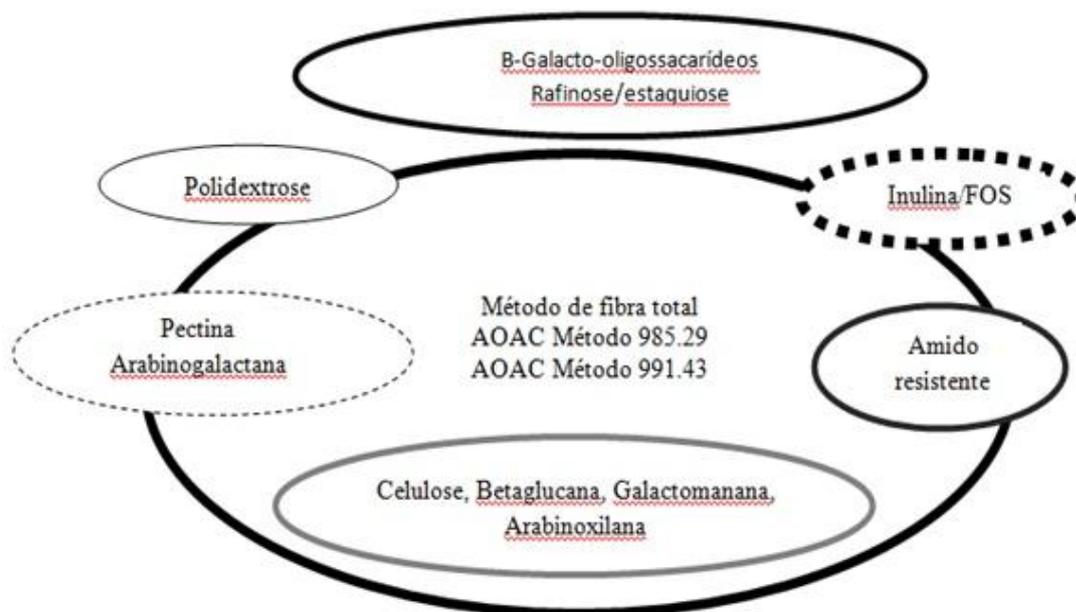


Figura 10. Representação esquemática de fibras quantificadas e não quantificadas pelo método oficial AOAC 985.29 utilizado no estudo.

4.7 Determinação da Cristalinidade por Difração de Raios-X

Para investigação do arranjo cristalino das amostras extrudadas, não extrudadas e comerciais foram realizadas análises de Difração de Raios-X. O equipamento utilizado foi o equipamento AXS D2 Phaser (Bruker, Karlsruhe, Alemanha) com potencial elétrico de 30 kV e corrente elétrica de 20 mA e radiação CuK α com comprimento de onda de 0,154 nm. A análise foi baseada na metodologia de WU *et al* (2010), com intervalo do ângulo de varredura de difração de 2° a 32° (2 θ), com passo de 0,02 e taxa de 1°/6 min. Foi utilizado o software DifractionEva[®] (Bruker, Karlsruhe, Alemanha) para

determinação do percentual de cristalinidade de cada amostra. O equipamento utilizado pertence ao Laboratório de Análises Físicas da Embrapa Agroindústria de Alimentos.

4.8 Determinação da Atividade de Água

A análise de atividade de água (A_w) foi realizada em aparelho medidor AqualabLite[®] (Decagon, Whashington, EUA) utilizando como padrão para calibração, água pura à 25°C.

4.9 Microscopia Eletrônica de Varredura

As amostras extrudadas e não extrudadas foram secas em estufa 105° C por 5 horas, afixadas nos *stubs* por meio de fita metálica dupla face e depois analisadas por meio de um microscópio eletrônico de varredura (MEV) benchtopTM 3000 (Hitachi, Tóquio, Japão), que opera em câmara evacuada a 5 kV de aceleração e com 100 vezes de ampliação das imagens.

4.10 Determinação das isotermas de sorção e dessorção

Um analisador termogravimétrico (TGA) da marca TA Instruments, modelo Q5000SA New Castle, EUA. Foi utilizado para a determinação das curvas de sorção e dessorção. As amostras foram pesadas em um porta-amostra de alumínio metalizado e as isotermas foram realizadas à temperatura de 25 °C, com faixa de umidade relativa de 10 a 90%, a uma taxa de elevação/diminuição da UR de 10% a cada 400 minutos.

4.11 Tamanho de partículas

O tamanho de partículas das amostras comerciais, extrudadas e não extrudadas foi medido em um conjunto de peneiras RO-TAP, modelo RX-29-10 (W.S Tyler, Mentor, EUA). Pesou-se 100g de amostras e colocou-se em agitação por 10 min. As peneiras escolhidas foram as de: 300µm, 250µm, 180µm, 150µm, 125µm, 106µm, 75µm e fundo. O resultado foi expresso graficamente em porcentagem de retido em cada abertura de peneira.

4.12 Processo de aglomeração ou instantaneização

O aparelho utilizado para o processo foi um mini-instantaneizador (mod.Pilot, ICF-Indústria CIBEC SPA, Itália) localizado na planta-piloto do Laboratório de Tecnologia de Chocolates e cereais CEREAL-CHOCOTEC, do Instituto de Tecnologia de Alimentos, Campinas-SP. A alimentação do equipamento foi realizada manualmente (vazão de sólidos: 550 g/min) no interior da qual havia uma escova rotativa que forçava a passagem do pó contra uma grelha de abertura quadrada de 1mm. O pó encontrava-se a temperatura ambiente (25 °C), com o vapor saturado (pressão: 1,2 bar), havendo a condensação do vapor na superfície do produto na forma de microgotículas. O processo de secagem foi realizado com um fluxo de ar quente no sentido ascendente. Os pós caíam em seguida em um secador rotativo (temperatura: 70 °C), sendo que, após a secagem, os grânulos eram selecionados de acordo com a granulometria obtida. A amostra de goma carragena não extrudada foi processada com e sem adição de 10% de maltodextrina Globe[®] 1805 CornProducts Brasil. Já, a amostra extrudada foi apenas aglomerada sem adição de maltodextrina.

4.13 Análise Reológica

Foi realizada curva de viscosidade com leitura de 90 pontos com duração de 180 s com variação da taxa de cisalhamento foi de 0 a 500 s⁻¹. A reometria utilizada foi “base cup” DG41 e um sensor “double gap” DG41 DIN 53544TI. A temperatura de 25°C, controlada por meio de um banho modelo Phoenix (Thermo Haake, Karlsruhe, Alemanha).

4.14 Análises Microbiológicas

As análises microbiológicas de *Salmonella* spp. Coliformes a 35 e 45°C por NMP, Contagem Padrão de Bactérias Aeróbias Mesófilas (UFC/g), Contagem de Bolores e Leveduras (UFC/g), *Staphylococcus* Coagulase Positiva (UFC/g) foram realizadas nas amostras extrudadas com menor e maior tempo de dissolução, carragena não extrudada, e as amostras comerciais conforme metodologia proposta pelo *Compendium of Methods for the Microbiological Examination of Foods* (APHA, 2015).

4.15 Digestibilidade de carboidratos *in vitro*

A análise de simulação de digestão de carboidratos *in vitro* foi realizada amostras extrudadas com menor e maior tempo de dissolução, carragena não extrudada, e as amostras comerciais

Para a fase oral, foram pesados 3 g de cada amostra em tubo Falcon de 50 mL com rosca de polipropileno. Adicionou-se 7 mL de solução contendo α -amilase, mucina e demais sais, como descrito por Oomen *et al.* (2003), em cada tubo. As amostras foram seladas, homogeneizadas e transferidas para o banho orbital a 37°C a 60 rpm por 10 minutos. Após, cada amostra foi transferida para uma cuba com gelo (FAILLA; CHITCHUMROONCHOKCHAI, 2005).

Na fase gástrica, adicionou-se solução A (120 mM NaCl, 6 mM CaCl_2 e 5 mM KCl) em cada tubo com amostra vindo da fase oral, até atingir o volume de 30 mL, e em seguida foram homogeneizadas em Vórtex. Ajustou-se o pH para 2.5 +/- 0.1 utilizando HCl 1 M. Após, foi adicionado 2 mL de solução estoque de pepsina (40 mg/mL 100mM HCl) em cada tubo e, ajustou-se o volume para 40 mL com solução A. Os tubos foram selados e incubados no banho orbital por 1 h a 37°C a 60 rpm (Figura 8). Posteriormente, os tubos foram retirados do banho orbital e colocados imediatamente em banho com gelo (FAILLA; CHITCHUMROONCHOKCHAI, 2005).

Na fase entérica, adicionou-se 1 M de NaHCO_3 a todos os tubos vindos da fase gástrica, para o ajuste do pH para 6.0 +/- 0.2. Adicionou-se 3 mL de solução estoque de extrato de bile (40 mg extrato de bile/ mL 100 mM NaHCO_3) a cada tubo. Adicionou-se 2 mL de solução estoque de pancreatina-lipase (10 mg de pancreatina + 5 mg lípase/ mL 100 mM NaHCO_3). Ajustou-se o pH para 6.5 +/- 0.1 com 1 M NaOH. O volume final ajustado para 50 mL com a solução A. Fechou-se os tubos e incubou-se a amostra no banho orbital por 2 h a 37°C a 60 rpm. (FAILLA; CHITCHUMROONCHOKCHAI, 2005). A análise foi realizada no Laboratório de Bioacessibilidade da Embrapa Agroindústria de Alimentos.

Após esse processo, os tubos contendo as gomas já digeridas foram congeladas e encaminhadas para o Laboratório de Físico Química da Embrapa Agroindústria de

Alimentos para determinação de fibra alimentar conforme metodologia descrita no item 4.6.



Créditos Maria Eugênia A. S. Oliveira

Figura 11. Tubos de goma carragena após digestão *in vitro* que posteriormente seguiram para a análise de fibras alimentares.

4.16 Avaliação do efeito prebiótico

Para estudo do efeito pré-biótico foi realizada a análise comparativa de curvas de crescimento de *Bifidobacterium bifidum* (*Bb12*) em caldo MRS na ausência e na presença da goma carragena extrudada nas condições do tratamento T1(a, b, c) e nas condições do tratamento T5 (a, b, c). A cultura utilizada foi adquirida no banco de culturas BCCM/LMG de Gent, Bélgica. A cultura foi mantida a -80°C até o momento do uso. A cepa de *Bifidobacterium Bb12* foi ativada em caldo MRS com incubação por $37^{\circ}\text{C}/24\text{h}$ em anaerobiose.

Frascos contendo 50 mL de caldo MRS controle (sem as gomas) e os suplementados com 1,2 g de cada goma foram inoculados com 50 μL do microorganismo (aproximadamente $2\log$ UFC/ml). Após 0h, 8h, 24h, 36h, 48h, e 72h de incubação em anaerobiose foi realizada a determinação da contagem de *Bifidobacterium bb12*.

Porções de 2 mL das amostras inoculadas foram retidas em cada tempo de incubação e realizadas diluições decimais seguidas de plaqueamento em profundidade

em ágar MRS com posterior incubação a 37°C/72h em anaerobiose. Os resultados das contagens de colônias em placas foram expressos em unidades formadoras de colônias.

O experimento foi realizado em triplicata e três repetições no Laboratório de Higiene e Legislação da Faculdade de Engenharia de Alimentos- FEA da Universidade Estadual de Campinas-UNICAMP.

4.17 Análises estatísticas

Realizou-se a análise de variância e nos casos em que foi constatada diferença aplicou-se o teste de Tukey, sempre sendo considerado o nível de significância de 5%. O software estatístico utilizado foi o Statgraphics. (NeilPolhemus, 2014).

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Extrusão

Primeiramente foi realizada a extrusão da goma carragena com a menor rotação dos parafusos (200 rpm) e o menor perfil de temperaturas (tratamento T1). O material apresentou fluxo constante e vazão uniforme.



(a)



(b)

Créditos: Cristina Takeiti (a) e Maria Eugênia Araújo (b)

Figura 12. Extrusão da goma carragena adotando-se as condições do tratamento 1 (a) e extrudado após o processamento nas condições do tratamento 1 (b).

Notou-se que com o incremento de temperatura das zonas de aquecimento e aumento da rotação dos parafusos, o material apresentava aspecto de um produto expandido (Figura 13).



(a)



(b)

Créditos: Cristina Takeiti (a) e Maria Eugênia Araújo (b)

Figura 13. Extrusão da goma carragena adotando-se as condições do tratamento 5 (a) e produto imediatamente após extrusão (b).

A Figura 14 apresenta os registros da rotação dos parafusos durante o processamento do tratamento efetuado nas condições de 400 rpm, 1 L/h de água e na faixa de temperatura de 40 a 110 °C, sendo possível observar que o torque (destacado em vermelho) é mantido constante durante todo o processo.

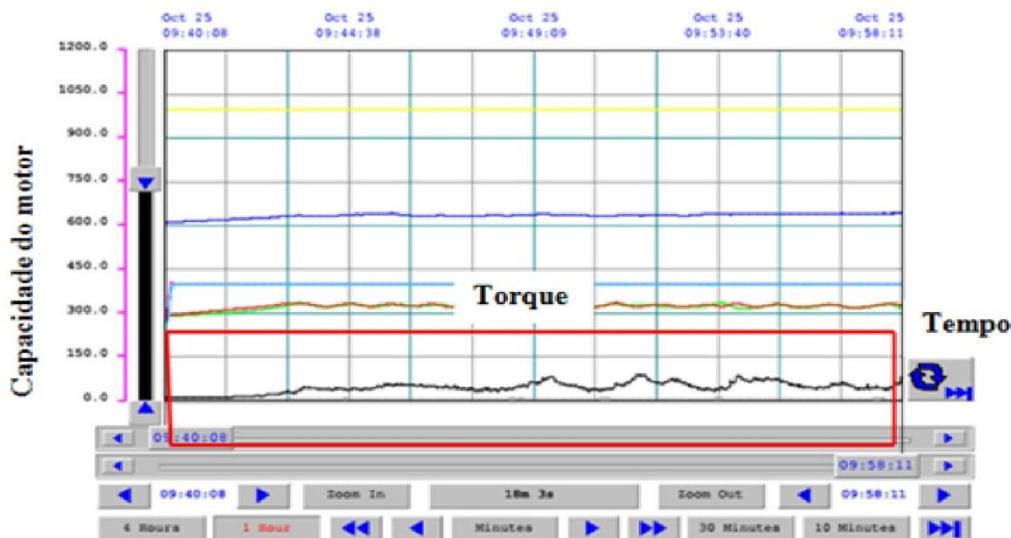


Figura 14. Gráfico ampliado do processamento por extrusão do tratamento a 400 rpm e 1L/h de água com faixas de temperatura de 40 a 120°C.

5.2 Propriedades físicas do material particulado

Após a secagem e moagem do material em moinhos de disco e martelo foi realizada a análise de tamanho de partículas. Os resultados da análise de tamanho de partículas por peneiras vibratórias estão apresentados na Figura 15. Pode-se perceber que houve diferenças nos tamanhos das partículas entre os produtos processados por extrusão termoplástica e que a maior porção das partículas estão concentradas na peneira “fundo”, isto é menores que 75 μm (finos). O produto não extrudado apresentou uma quantidade de 69 % de finos. Os tratamentos 1, 2 e 4 também exibiram esse comportamento com 32%, 29% e 56%, respectivamente. O produto comercial 1 possui uma distribuição quantitativamente homogênea entre as peneiras em relação ao produto comercial 2, que apresenta grande parte da massa retida (35,7 %) na peneira de 106 μm .

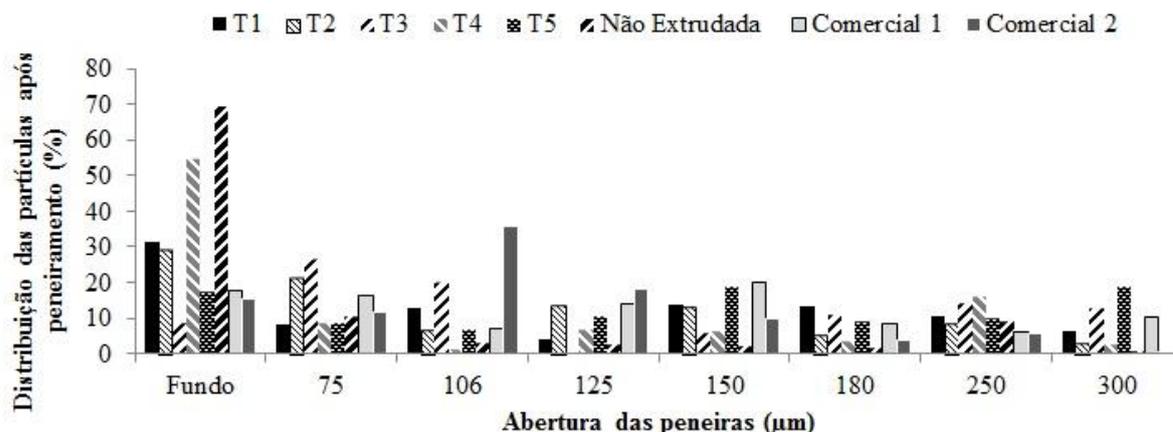


Figura 15. Distribuição das partículas da goma carragena processada por extrusão e de produtos comerciais.

O tamanho de partícula é uma das propriedades físicas mais importantes nos produtos em pó. Os pós com tamanhos de partículas maiores do que 200µm apresentam maior fluidez do que os pós finos, pois estes estão sujeitos a coesão e assim possuem fluidez mais difícil (TEUNOU *et al.*, 1999). Assim, o tempo de dissolução de uma partícula de maior tamanho tende a ser menor quando comparado ao de uma partícula menor.

O tamanho da partícula pode influenciar o processo de digestão *in vitro*. SALVIA-TRUJILLO *et al.* (2013) investigaram a influência do tamanho de partícula na digestão lipídica e na bioacessibilidade de β -caroteno utilizando emulsões de óleo de milho com diferentes diâmetros: grande (23 µm) médio (0,4µm) e pequeno (0,2µm). Os autores concluíram que a biodisponibilidade de β -caroteno diminuiu à medida que o tamanho da partícula diminuía. Isso pode estar relacionado ao fato de haver mais óleo nas gotículas maiores.

Após a moagem e determinação do tamanho de partícula dos produtos extrudados à base de goma carragena, segregou-se cada tratamento em três diferentes tamanhos para estudo: 212µm (a), 106µm (b) e fundo (c).

5.3 Avaliação de tempo de dissolução (Td)

O tempo de dissolução (Tabela 4) foi efetuado nas temperaturas de 25°C, 50°C e 70°C, simulando possíveis formas de utilização do produto (consumo de líquidos à temperatura ambiente, sopas e chás).

Tabela 4. Tempo de dissolução (s) em diferentes temperaturas das várias frações dos tratamentos obtidos por extrusão termoplástica e dos produtos comerciais

Amostra	Td _{25 °C}	Td _{50 °C}	Td _{70 °C}
T1a	7200±0,0 ^a	2900±0,09 ^c	1700±0,08 ^f
T1b	7200±0,0 ^a	3200±0,07 ^{cb}	2300±0,15 ^e
T1c	7200±0,0 ^a	3600±0,44 ^{cb}	3200±0,16 ^b
T2a	3824±0,11 ^e	904±0,05 ^{hi}	765±0,04 ⁱ
T2b	6358±0,47 ^e	1600±0,06 ^{fe}	1300±0,17 ^h
T2c	7200±0,0 ^a	2400±0,11 ^d	1800±0,03 ^f
T3a	7200±0,0 ^a	1700±0,12 ^{fe}	1500±0,09 ^g
T3b	7200±0,0 ^a	2000±0,24 ^{ed}	1700±0,17 ^d
T3c	7200±0,0 ^a	3200±0,45 ^b	2500±0,03 ^c
T4a	4946±39,3 ^d	69±7,8 ^k	55±1,5 ^k
T4b	3884±0,27 ^b	1000±0,01 ^{hg}	743±4,9 ⁱ
T4c	3635±0,06 ^b	1400±0,04 ^{gf}	1400±0,03 ^{gh}
T5a	30±2,01 ^f	8±0,5 ^j	7±0,5 ^l
T5b	467±17,34 ^d	117±11,5 ^j	102±2,5 ^k
T5c	2134±5,59 ^c	353±22,5 ^{ij}	305±2,08 ^j
Não extrudada	>7200±0,0 ^a	>7200±0,0 ^a	>7200±0,0 ^a
Comercial 1	2±0,57 ^g	1±0,5 ^j	1±0,0 ^l
Comercial 2	5±0,57 ^g	1±0,5 ^j	1±0,5 ^l

Os valores representam médias (n=3)

As médias com letras diferentes na mesma coluna são diferentes no nível de 0,05 no teste de Tukey

Onde: T1= 200 rpm e 1L H₂O/h; T2= 400 rpm e 3 LH₂O/h; T3= 400 rpm e 1 LH₂O/h; T4= 400 rpm e 1LH₂O/h; T5= 400 rpm e 1LH₂O/h

Tamanho de partículas a, b, c: 212µm (a), 106 µm (b) e fundo (c)

A carragena não extrudada (Figura 16) não dissolveu mesmo após duas horas (7200s) da realização do teste. O tratamento 1 (T1) apresentou os maiores tempos de

dissolução dentre todas as temperaturas estudadas. Foi observado que, com o incremento da temperatura na dissolução e com aumento da rotação dos parafusos, as amostras diminuíram o seu tempo de dissolução. O produto do tratamento T5a apresentou uma redução do Td de aproximadamente 4X quando se aumentou a temperatura do líquido de 25 para 70 °C. Este mesmo tratamento (T5a) apresenta uma redução de 240X de seu tempo de dissolução em relação ao tratamento (T1a), que foi feito em menor rotação dos parafusos (200 rpm).

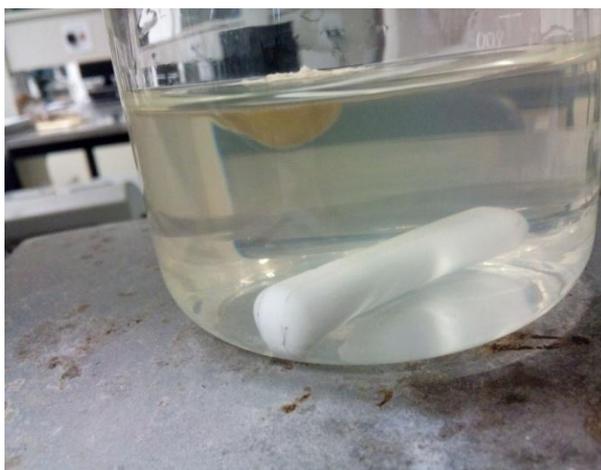


Figura 16. Goma carragena não extrudada após duas horas de realização do teste de dissolução.

Além desses fatores, o tamanho de partícula (a, b, c) também influenciou na dissolução dos produtos. As partículas de maior granulometria (a, 212 μ m) dissolveram-se melhor do que as de menores granulometrias. As amostras de maior granulometria apresentaram melhor dispersibilidade, molhabilidade e menor formação de grumos.

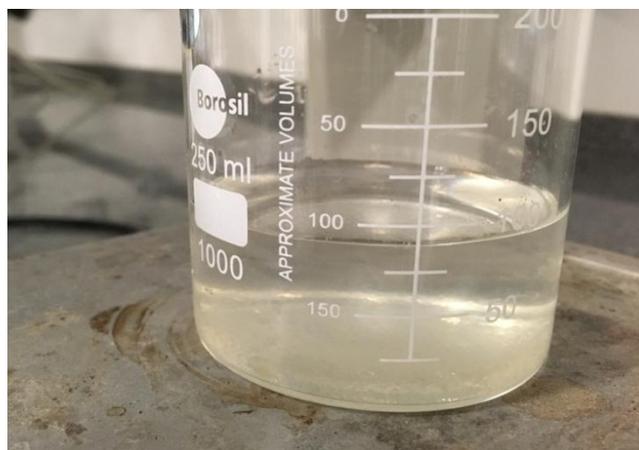


Figura 17. Goma carragena extrudada T5a após realização do teste de dissolução.

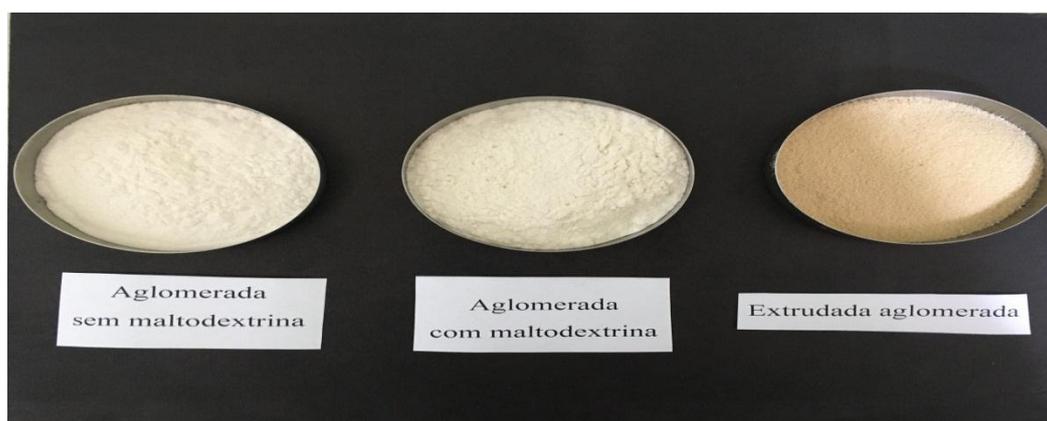
SAVLAK *et al.* (2016) avaliaram os efeitos da distribuição de tamanho de partícula sobre as propriedades físicas, químicas e funcionais de uma farinha de banana verde. Foi observado uma correlação negativa entre o tamanho de partículas e a molhabilidade das mesmas, em que partículas menores que 212 μm apresentaram uma menor taxa de molhabilidade. Partículas maiores apresentam maior molhabilidade e dispersabilidade. As partículas finas tem maior tendência para formação de grumos na superfície do líquido, pois possuem forças de adesão fortes. Conseqüentemente, a fluidez dos pós aumenta com o tamanho de partícula. Esse comportamento também é observado com relação a molhabilidade e dispersibilidade (SCHUBERT, 1987).

As amostras comerciais (1 e 2) apresentaram excelentes tempos de dissolução (entre 1 e 5 s) independentemente da temperatura utilizada no teste. Assim que o pó entrava em contato com a água (molhabilidade), ele dissolvia-se instantaneamente (solubilidade), não apresentando grumos (dispersibilidade), que era uma característica muito presente na amostra controle (carragena não extrudada) e nas partículas retidas na peneira “fundo” (c).

5.12 Aglomeração

Alguns dos tratamentos de extrusão tiveram um grande número de partículas menores que 75 μm , denominadas “finos”. Com o intuito de melhorar a dissolução desta grande quantidade de material produzido durante o processamento de extrusão, foi realizado um teste em um aglomerador de pós ou “instantaneizador”. A aglomeração é uma técnica que permite transformar um produto ou uma mistura de produtos em pó em grânulos, modificando a sua estrutura física, principalmente por aumentar a capilaridade das partículas que conduz à melhora das propriedades da reconstituição destes pós em líquidos. A aglomeração possibilita que misturas de pós heterogêneos na sua composição e no seu tamanho das partículas, apresentem grânulos maiores e mais homogêneos, sendo as características do produto obtido dependentes dos seus constituintes químicos, da técnica e das condições de processo utilizadas (MAUREL, 1994).

O tratamento 4 (400 rpm, 1H₂OL/h, 40 a 120 °C) foi escolhido para ser submetido ao processo de aglomeração, pois havia um total de 2000g de pó com tamanho de partícula retida na peneira de 106 µm. Visualmente, a goma carragena extrudada e não extrudada submetidas à aglomeração não formaram grânulos (Figura 17). Por isso, uma segunda tentativa de aglomeração foi realizada adicionando-se maltodextrina DE10.



Créditos Maria Eugênia Araújo Silva Oliveira

Figura 18. Aspecto visual de goma carragena aglomerada

A goma carragena não extrudada com e sem adição de maltodextrina não se dissolveu mesmo após duas horas de realização do teste, obtendo-se assim o mesmo resultado para o material não aglomerado (Tabela 5). A goma carragena extrudada na condição do tratamento T4 e aglomerada teve seu tempo de dissolução reduzido pela metade (1800 s), quando comparada à goma carragena apenas extrudada. Entretanto, a extrusão causa maior impacto para diminuição do tempo de dissolução do que a aglomeração.

Tabela 5. Tempo de dissolução dos produtos aglomerados a partir da goma carragena extrudada na condição do tratamento 4.

Amostra	Tempo de dissolução (s) 25°C
Carragena não extrudada	>7200
Carragena não extrudada + 10% de maltodextrina	3884
Carragena extrudada e aglomerada	1800

5.4 Avaliação instrumental da cor

A avaliação instrumental da cor das gomas extrudadas foi realizada com o intuito de verificar se houve mudanças significativas na cor das amostras de goma carragena antes e após a passagem pela extrusora e nas diferentes granulometrias segregadas para o estudo (a, b,c). Os resultados dos parâmetros de cor estão dispostos na Tabela 6.

Tabela 6. Parâmetros obtidos na análise instrumental de cor da goma carragena utilizando sistema CIELab*.

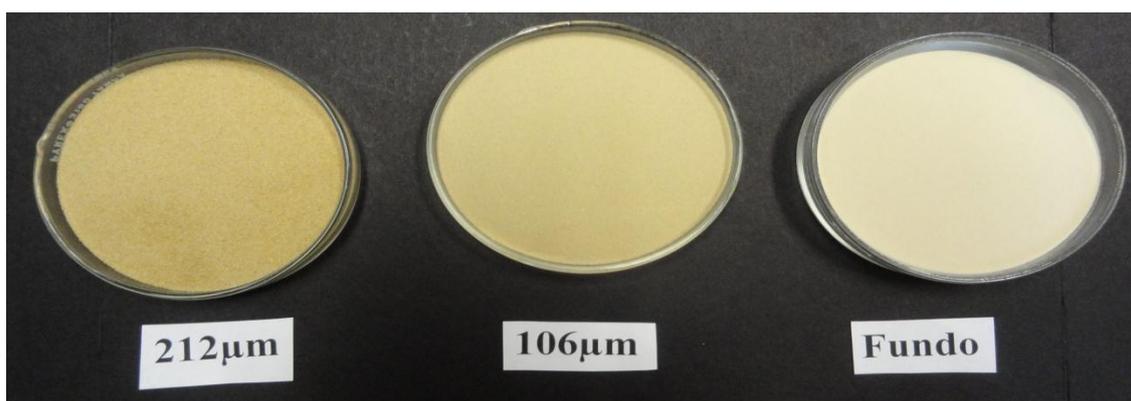
Amostra	Parâmetros de cor			
	L	A	B	I.B.
T1a	66,6±1,01 ⁱ	3,1±0,06 ^{cd}	19,5±1,21 ^{cde}	61,2±1,47 ^{ij}
T1b	73,5±0,91 ^g	2,4±0,21e ^{fg}	16,6±1,18 ^{fgh}	68,6±1,38 ^{fg}
T1c	80,4±0,16 ^{de}	1,0±0,36 ^{ij}	11,8±0,77 ^{ijkl}	77,1±0,48 ^d
T2a	53,6±1,4 ^l	4,7±0,3 ^b	22,3±0,97 ^b	48,3±1,67 ^l
T2b	62,3±1,18 ^j	3,3±0,2 ^c	20,8±0,83 ^{bc}	56,8±1,39 ^k
T2c	74,4±0,09 ^{fg}	1,7±0,09 ^{ghi}	14,3±0,71 ^{hi}	70,6±0,41 ^{ef}
T3a	65,7±1,43 ⁱ	3,2±0,42 ^c	20,7±0,92 ^{bcd}	59,7±1,67 ^j
T3b	72,0±0,39 ^g	2,5±0,11 ^{ef}	17,7±0,69 ^{efg}	66,8±0,7 ^{gh}
T3c	77,4±0,19 ^{de}	1,6±0,04 ^{hij}	14,4±0,27 ^{ijk}	73,2±0,3 ^d
T4a	57,1±1,36 ^k	5,9±0,4 ^a	24,6±0,86 ^a	50,2±1,63 ^l
T4b	69,8±2,76 ^h	3,5±0,65 ^c	18,6±3,02 ^{def}	64,3±3,97 ^{hi}
T4c	71,6±0,31 ^e	3,1±0,08 ^{fgh}	17,3±0,49 ^{ij}	66,5±0,36 ^{de}
T5a	64,9±1,68 ⁱ	3,5±0,44 ^c	19,6±1,63 ^{cde}	59,7±2,3 ^{jk}
T5b	71,6±0,76 ^{gh}	2,5±0,13 ^{de}	17,5±0,6 ^{efg}	66,6±0,97 ^{gh}
T5c	80,8±0,23 ^d	1,1±0,06 ^{ij}	11,3±0,58 ^{ijkl}	77,7±0,5 ^{cd}
Não extrudada	84,4±0,06 ^c	0,9±0,01 ^j	9,3±0,01 ^l	81,8±0,05 ^{ab}
Comercial 1	92,6±0,13 ^a	-2,5±0,09 ^l	10,8±0,51 ^{lkj}	86,6±0,49 ^a
Comercial 2	88,8±0,57 ^b	-1,0±0,32 ^k	10,5±0,67 ^{lk}	84,5±0,69 ^{ab}

Os valores representam média (n=4) Tamanho de partículas a, b, c: 212µm (a), 106 µm(b) fundo (c)

Onde: I.B.= $100 - \sqrt{(100 - L)^2 + a^2 + b^2}$

As médias com letras diferentes na mesma coluna são diferentes no nível de 0,05 no teste de Tukey

Notou-se que a Luminosidade aumentou com a diminuição do tamanho da partícula em todos os tratamentos realizados, tendo a amostra comercial 1 apresentado a maior luminosidade (92,6) diferindo estatisticamente ($p < 0,05$) dentre todas as frações analisadas. Menores valores de Luminosidade foram encontrados para todas as frações “a”, em que a amostra do tratamento 2 apresentou o menor valor (53,6). Este tratamento foi efetuado utilizando 3 L H₂O/h e 400 rpm. A alta rotação dos parafusos aumentou o cisalhamento do material dentro da extrusora gerando mais calor, aliado ao maior tempo de secagem do material para retirar maior quantidade de água (maior exposição ao calor), o que contribuiu para seu escurecimento não enzimático. O aumento da Luminosidade de um material reflete-se no aumento de seu índice de brancura (I.B.), isto é, quanto mais próximo de 100, mais “branco” é o material. Desta forma, os produtos comerciais apresentaram maior índice de brancura (entre 84,5 e 86,6) e o menor valor encontrado foi para o tratamento T2a (48,3) que diferiu estatisticamente de todas as amostras ($p < 0,05$). Este mesmo comportamento foi observado por Savlak *et al.* (2016) que estudaram a influência do tamanho da partícula sobre propriedades físicas de farinha de banana verde e por AHMED *et al.* (2015) que estudaram as características estruturais e reológicas de farinha de arroz, concluindo que o índice de brancura aumenta com a diminuição do tamanho da partícula e atribuindo este efeito ao aumento da superfície da área que permitia maior reflexão de luz incidida no material.



Créditos: Maria Eugênia Araújo

Figura 19. Aspecto visual das gomas extrudadas na condição do tratamento 5 nas diferentes granulometrias (a, b, c).

5.5 Atividade de água (A_a) e Densidade Aparente (D_{ap})

Os resultados das análises de atividade de água e densidade aparente dos materiais extrudados nos 5 tratamentos e segregados nas três granulometrias (a,b,c), encontram-se na Tabela 7.

Tabela 7. Resultado de análises de Atividade de água (A_a) e Densidade Aparente (D_{ap}) de carragena extrudada, não extrudada e produtos comerciais.

Amostras	A _a	D _{ap} (g/mL)
T1a	0,29±0,01 ^d	0,84±0,01 ^a
T1b	0,30±0,00 ^{cd}	0,78±0,03 ^{bc}
T1c	0,30±0,0 ^{cd}	0,66±0,01 ^e
T2a	0,17±0,0 ^h	0,82±0,01 ^{ab}
T2b	0,16±0,01 ^h	0,77±0,01 ^{bc}
T2c	0,23±0,0 ^{ef}	0,68±0,01 ^{de}
T3a	0,32±0,01 ^{bc}	0,82±0,01 ^{ab}
T3b	0,32±0,01 ^{bcd}	0,73±0,03 ^{cd}
T3c	0,34±0,01 ^b	0,63±0,02 ^e
T4a	0,11±0,01 ⁱ	0,81±0,01 ^{ab}
T4b	0,10±0,02 ⁱ	0,79±0,01 ^{ab}
T4c	0,19±0,01 ^{gh}	0,64±0,01 ^e
T5a	0,21±0,02 ^{fg}	0,85±0,02 ^a
T5b	0,25±0,0 ^e	0,73±0,01 ^{cd}
T5c	0,25±0,01 ^{ef}	0,66±0,01 ^e
Não extrudada	0,30±0,01 ^{cd}	0,38±0,06 ^g
Comercial1	0,16±0,0 ^h	0,49±0,01 ^h
Comercial 2	0,38±0,0 ^a	0,27±0,02 ^f

Os valores representam as médias dos resultados obtidos (n=3)

As médias com letras diferentes na mesma coluna são diferentes no nível de 0,05 no teste de Tukey(p<0,05).

A amostra comercial 2 apresentou o maior valor para Aa (0,38) e o menor valor foi obtido para as amostras T4a e T4b (0,10), que não apresentaram diferença significativa. Entretanto, não se observou qualquer tendência nos resultados com relação ao diâmetro das partículas e nem entre as condições adotadas nos tratamentos realizados. A amostra não extrudada apresentou valor igual (0,30) para atividade de água ao das amostras T1b e T1c, que foi extrudada em baixo cisalhamento (200rpm) e menor vazão de alimentação líquido 1L H₂O/h. Possivelmente, as condições não drásticas de cisalhamento aliada à baixa vazão de água não foram capazes de modificar a estrutura compactada da carragena de modo a permitir que as cadeias resultantes interagissem com a água e, assim, propiciando maior higroscopicidade do material.

A atividade de água é uma medida importante, pois um valor elevado pode favorecer o crescimento de microrganismos e aumentar as reações enzimáticas. Os alimentos com baixa atividade de água (leite em pó, ovo em pó, chocolate, manteiga de amendoim) são aqueles com níveis de atividade de água (A_a) inferiores a 0,85 (BEUCHAT *et al.*, 2013). Os valores de atividade de água de todas as amostras estão abaixo de 0,35 então, estas podem ser classificados como alimentos com baixíssima atividade de água.

Com relação à densidade aparente, a amostra comercial 2 apresentou o menor valor (0,27 g/mL) e o maior valor foi obtido para as amostras T1a e T5a. Observou-se que as amostras que apresentaram maior diâmetro de partícula (fração a) possuíam os maiores valores de Dap com diferença significativa entre eles ($p < 0,05$) e também os melhores tempos de dissolução. Possivelmente, a densidade aparente dos materiais extrudados aumentou devido à descompactação/rearranjo da sua estrutura durante o cisalhamento e fusão no interior da extrusora, melhorando a capilaridade do material para difusão da água até o interior da partícula. Os produtos comerciais por possuírem partículas visualmente mais finas, apresentaram menor densidade (0,16 g/mL), isto é, a um volume fixo (50 mL) acomodou-se uma maior quantidade de massa quando comparado às partículas de maior tamanho.

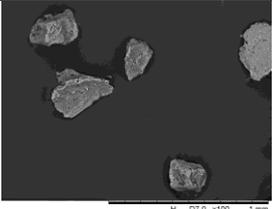
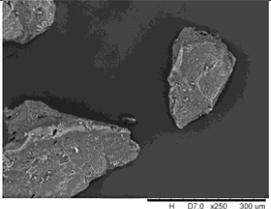
FITZPATRICK *et al.* (2016) estudaram a reidratação de pós alimentícios através da comparação do comportamento de doze diferentes materiais (sal, açúcar granulado e de confeitaria, permeado de soro de leite, leite desnatado, pó com alto teor de gordura, chocolate, caseinato de sódio, isolado proteico de leite, curry, farinha de

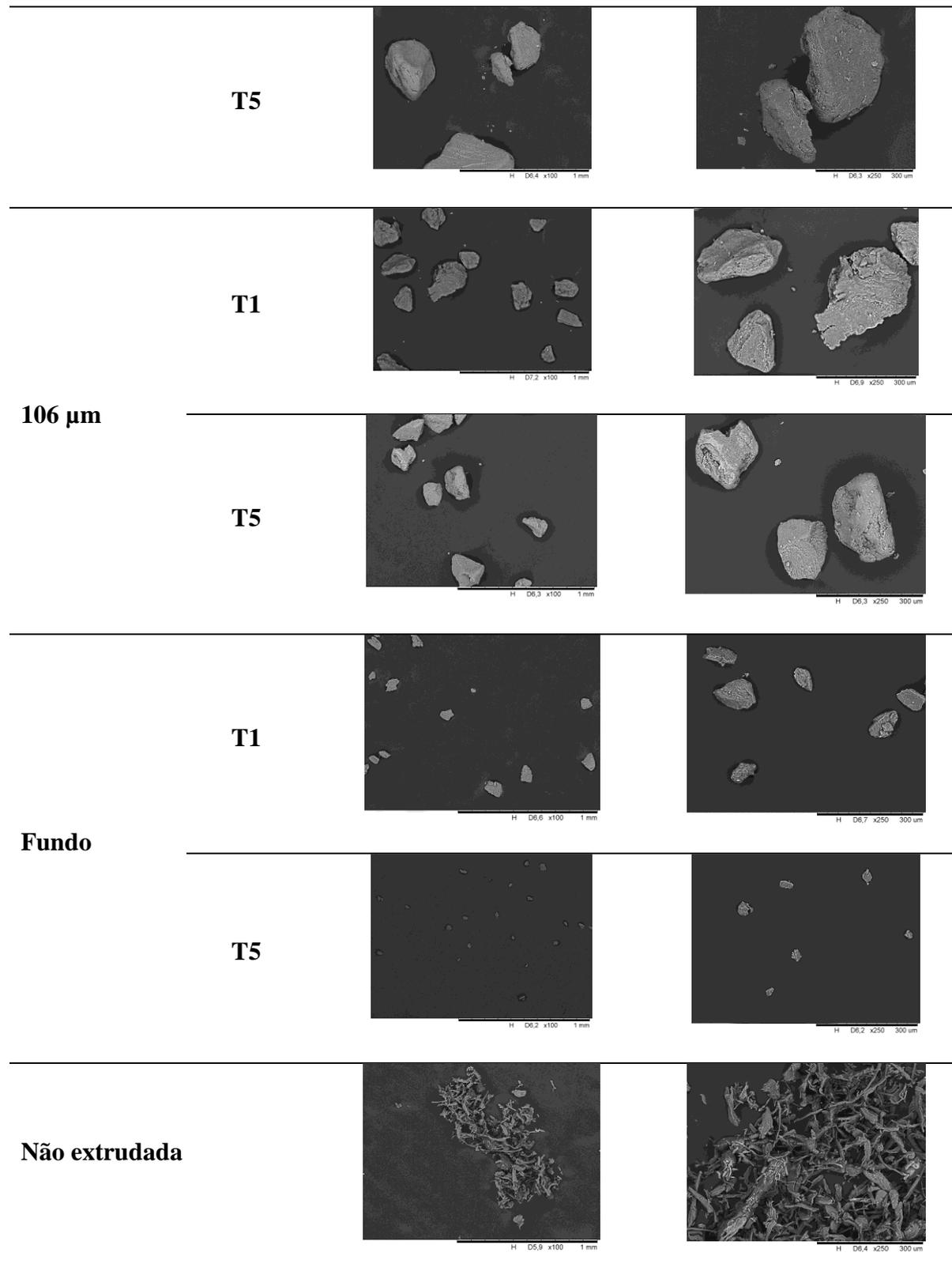
milho e farinha de trigo). Foi observado que os produtos que obtiveram os menores valores de densidade aparente apresentaram altos tempos de molhabilidade, o que foi atribuído principalmente à sua composição química, aos efeitos da química de superfície e ao pequeno tamanho de partícula que acaba por dificultar a penetração da água no interior dos pós (core). Além disso, partículas que apresentem densidade aparente próxima à da água (1 g/mL), tendem a flutuar.

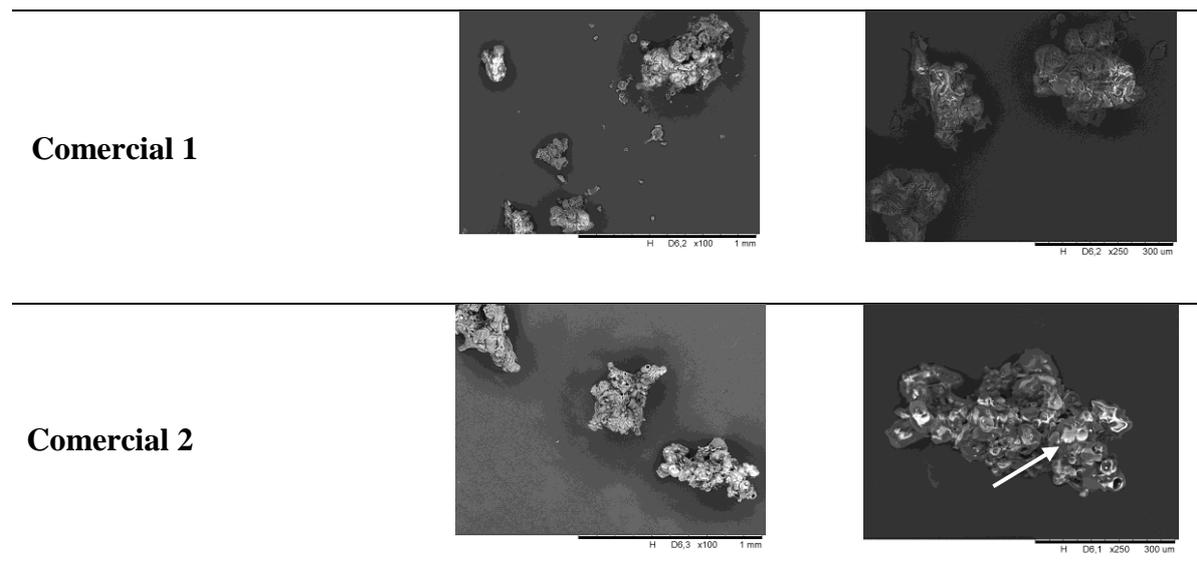
Os autores classificaram a solubilização dos pós em três categorias: (i) aqueles que se solubilizam facilmente; (ii) aqueles que apresentam fração facilmente solubilizada com significativa fração de insolúveis no líquido e (iii) aqueles que se solubilizam vagorosamente. A fácil solubilização está ligada às características de composição química do material e sua hidrofiliicidade. Baixa molhabilidade está associada à grande formação de uma película na interface pó/água que aumenta a flutuação das partículas e a formação de grumos, impedindo grandemente a penetração do leito de pós na coluna de água, prejudicando a molhabilidade das partícula e sua completa submersão.

5.6 Características morfológicas

As características morfológicas das carragenas extrudadas sob baixo (T1a, T1b, T1c) e alto cisalhamento (T5a, T5b, T5c), da carragena não extrudada e dos produtos comerciais estão apresentadas na Figura 20. As micrografias foram realizadas em um aumento de magnitude de 100 e 250 vezes.

Partícula	Amostra	100 X	250 X
212 μm	T1		





Créditos: Maria Eugênia Araújo Silva Oliveira

Figura 20. Características morfológicas por MEV da goma carragena submetida à extrusão termoplástica e de produtos comerciais em aumentos de magnitude de 100 e de 250 X.

A literatura científica não apresenta trabalhos que tenham estudado características morfológicas de goma carragena por MEV. Considerando o mesmo tamanho de partícula (212 μm ou 106 μm ou fundo), observou-se que as amostras não apresentaram diferenças morfológicas independentemente das condições adotadas nos tratamentos T1 e T5. As partículas demonstraram estar compactadas/adensadas e em formato poliédrico. Isso pode ser explicado devido ao cisalhamento e aumento de temperatura no momento da extrusão que rompe essa estrutura e a deixa mais compactada. Entretanto, as partículas da goma carragena não extrudada são mais filamentosas e apresentam uma superfície mais lisa do que as submetidas ao processo de extrusão.

No que se refere às amostras comerciais, a morfologia das partículas são tipicamente de produtos obtidos por aglomeração/instantaneização (comercial 1) e por *spray-dryer* (comercial 2). No caso de produtos aglomerados, as partículas apresentam-se nas formas de grânulos com espaços vazios por onde a água pode penetrar por capilaridade (TAKEITI, 2007), melhorando as propriedades de reconstituição do pó em líquidos. No caso de materiais secos por aspersão ou fluidização (*spray-dryer*), notam-se estruturas esféricas encapsuladas aderidas (seta) à superfície de grânulos maiores. O

produto comercial 2 é uma mistura de goma guar parcialmente hidrolisada e inulina e, possivelmente, a estrutura granular rugosa observada pode ser a goma que apresenta-se em maior quantidade e a estrutura esférica aderida à sua superfície, é o frutooligossacarídeo.

5.6 Avaliação de cristalinidade por difração de raios-x

A análise de difração de raios-x foi realizada para verificar a conformação das cadeias molecular das gomas extrudadas nas três diferentes granulometrias (a, b, c) e dos produtos comerciais. Na Figura 21 percebe-se que a goma carragena possui conformação amorfa, sem significativa modificação após o processo de extrusão nas diferentes condições adotadas dos tratamentos T1 e T5. Com relação aos percentuais de amorficidade (Tabela 11), as partículas nas condições do tratamento T1 apresentam os maiores valores (~99%) que as partículas obtidas nas condições do tratamento T5 (~90%), porém os produtos comerciais apresentam valores abaixo deste último percentual.

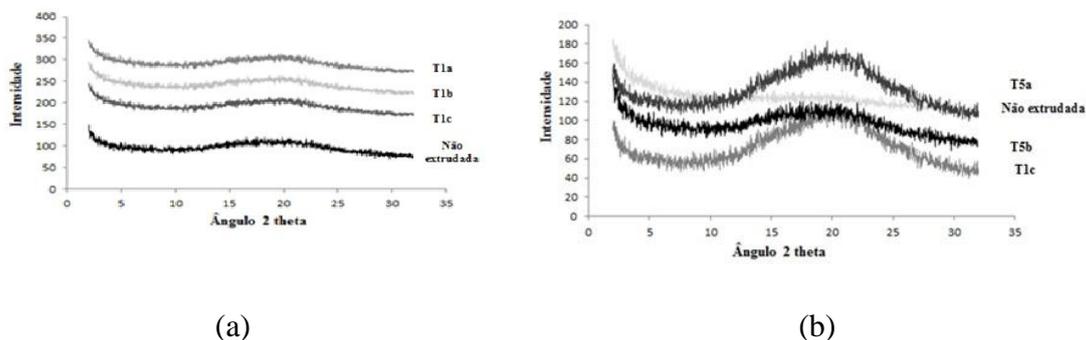


Figura 21. Espectros de difração de raios-x das amostras de goma carragena extrudadas nas condições do tratamento T1 (a) e da extrudada nas condições do tratamento T5 (b).

Tabela 8. Percentuais de cristalinidade e de amorficidade das amostras determinados pelo *software* Difrraction E.V.A®.

Amostra	Percentual cristalino (%)	Percentual amorfo (%)
T1a	0,5	99,5
T1b	0,5	99,5
T1c	0,5	99,5
T5a	12,3	87,7
T5b	9,5	90,5
T5c	9,5	90,5
Não Extrudada	0,5	99,5
Comercial 1	26,8	73,2
Comercial 2	10,2	89,8

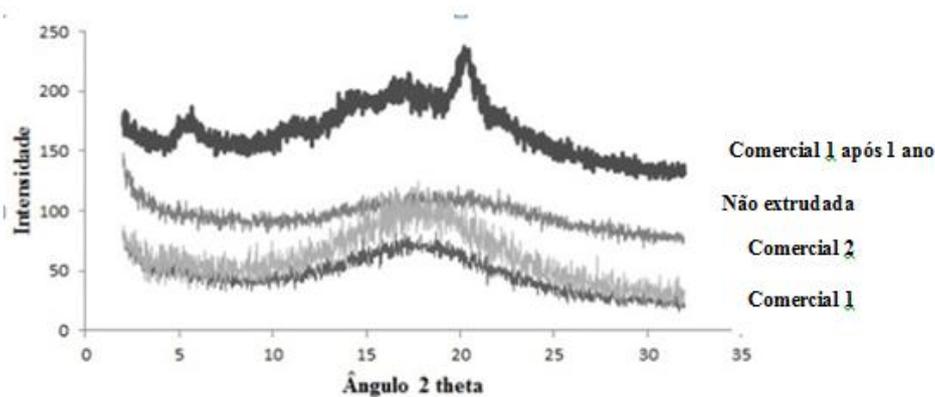


Figura 22. Espectos de difração de raios-x das amostras de goma carragena não extrudada e dos produtos comerciais após um ano de armazenamento sob congelamento.

Com o intuito de se observar se houve mudanças no padrão de cristalinidade, as amostras foram submetidas novamente às análises após um ano de armazenamento sob congelamento e observou-se que apenas o produto comercial 1, cuja composição é de dextrinas resistentes, apresentou uma estrutura semicristalina com um pico no ângulo 2θ igual a 20° . Isso pode estar relacionado com modificações nas configurações das

cadeias poliméricas, na constituição química do produto, na massa e na rigidez molecular, além da quantidade de grupamentos periféricos (ramificações) dos polímeros que propicia à um aumento da cristalização (ANDRADE, 2013). ANDRADE *et al.* (2013) estudando o efeito da extrusão termoplástica sobre as gomas arábica e da goma de cajueiro também não notaram picos de cristalinidade, nem mudança significativa imediatamente após a extrusão. Eles atribuírem a ausência de cristalinidade à mudança na configuração da cadeia durante o processamento onde houve rompimento de ligações químicas e fusão da região cristalina.

5.7 Isotermas de equilíbrio

As isotermas de sorção e dessorção das gomas carragenas extrudadas, não extrudada e dos produtos comerciais obtidas a 25°C são apresentadas nas Figuras 23, 24 e 25. Independentemente do tratamento e tamanho de partícula, todas as amostras apresentaram comportamento do Tipo II (Isoterma Sigmoide), tipo mais presente nos alimentos, de acordo com a classificação de BDDT (BRUNAUER *et al.*, 1940). Este mesmo comportamento foi descrito para goma arábica e goma de mesquite (PÉREZ-ALONSO *et al.*, 2006), mucilagem de figueira da índia (*Opuntia ficus-indica*) (LEÓN-MARTÍNEZ *et al.*, 2010), carboximetilcelulose, goma de alfarroba, gomas guar, tragacante e xantana (TORRES *et al.*, 2012) e mucilagem extraída de sementes de chia (*Salvia hispanica* L.) (VELÁZQUEZ-GUTIÉRREZ *et al.*, 2015).

Todas as curvas de dessorção ficaram posicionadas acima das curvas de adsorção, denotando fenômeno de histerese. A histerese é o fenômeno pelo qual a uma determinada Aa e de temperatura, um adsorvente tem uma menor quantidade de umidade durante a adsorção (CAURIE, 2007). A curva que apresentou maior efeito de histerese foi a do produto comercial 1. As características das histereses apresentadas estão enquadradas no tipo H3, de acordo com a classificação da IUPAC (SING, 1982), onde as curvas de sorção e dessorção não se interceptam em alta atividade de água.

Este mesmo tipo foi relatado por CHISTÉ *et al.* (2015) em um estudo sobre o comportamento higroscópico de farinhas de mandioca dos tipos seca e d'água. O estudo da histerese pode ser usado como um índice de qualidade dos alimentos e àqueles com

maior efeito de histerese possuem menor estabilidade durante o armazenamento (CAURIE, 2007). Isto pode ser observado no difratograma de raios-x realizado nas amostras após um ano de armazenamento sob congelamento, em que a amostra comercial 1 foi a que justamente apresentou mudança de padrão amorfo para padrão semi-cristalino com pico de 2θ em 20° (Figura 26), podendo dificultar a ação de enzimas sobre a goma durante o processo de digestão e alterando seu efeito pré-biótico.

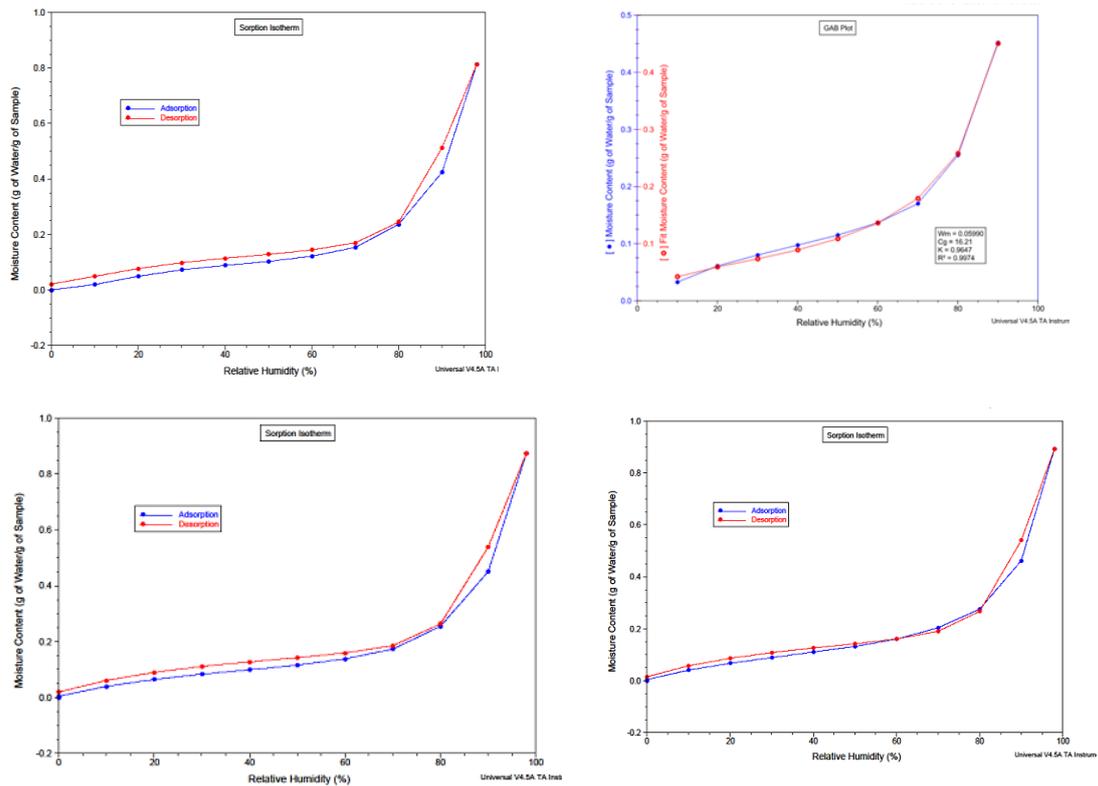
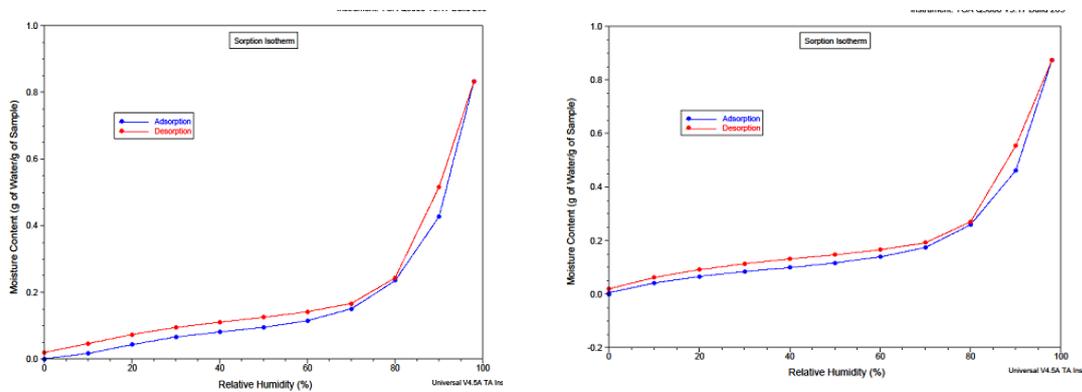


Figura 23. Isotermas de adsorção e dessorção de goma carragena T1a, T1b, T1c e carragena não extrudada respectivamente.



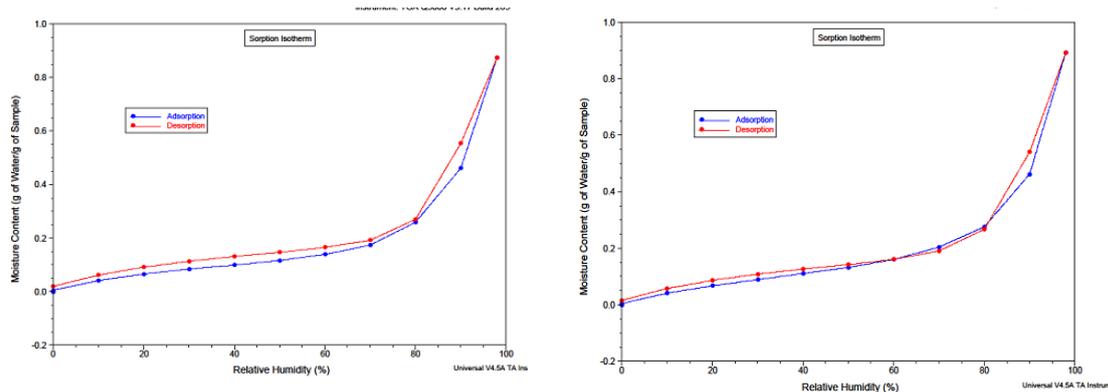


Figura 24. Isotermas de sorção e dessorção de carragena extrudada T5a, T5b, T5c e carragena não extrudada respectivamente.

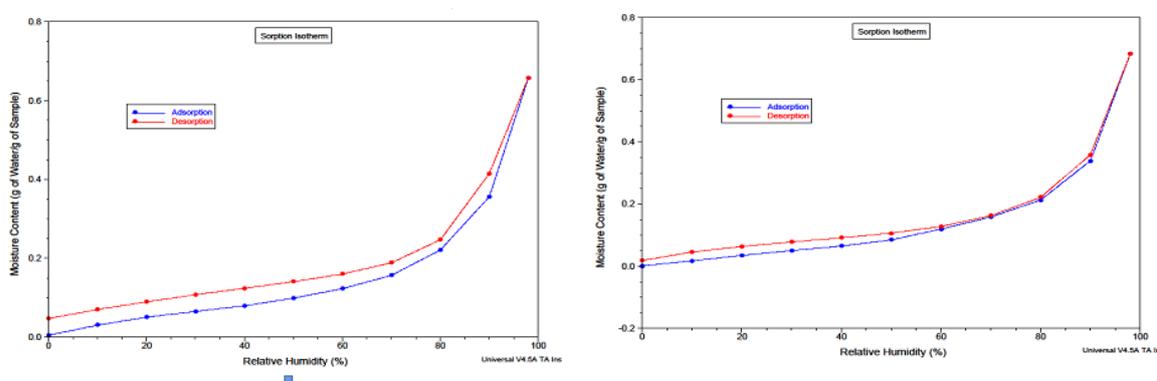


Figura 25. Isotermas de adsorção e dessorção de produtos comerciais 1 e 2 respectivamente.

Existem vários modelos disponíveis na literatura científica que servem para descrever as isotermas de sorção e dessorção podendo ser divididos em: (i) modelos cinéticos baseados na monocamada (modelo de Langmuir); (ii) modelos cinéticos baseados em multicamadas; (iii) filme condensado (modelo de BET) e (iv) modelo de GAB, que é uma correção do modelo de BET.

Os dados da sorção experimental foram ajustados ao modelo GAB e os parâmetros W_m , C e K são apresentados na Tabela 9. Os valores apresentaram uma boa correlação com o modelo de GAB, com coeficiente de determinação (R^2) da ordem compreendida entre 0,9912 e 0,9999. De acordo com PEDRO *et al.* (2010), o modelo de GAB apresenta a vantagem de ser um modelo relativamente simples e com parâmetros que têm definição física, além de representar adequadamente os dados experimentais na faixa de atividade de água de maior interesse prático em alimentos (0,10 a 0,90).

O valor da monocamada (W_m) variou de 0,05324 para goma carragena extrudada T5a a 0,06732 para o produto comercial 2. Observa-se uma tendência de aumento do valor da monocamada com a diminuição do tamanho de partículas nos dois tratamentos (T1 e T5), evidenciando menor estabilidade em função de uma maior área para a água ser adsorvida. A análise dos valores da monocamada é muito útil em baixas atividades de água para avaliar as características higroscópicas das superfícies de gomas. Em elevadas atividades de água, outros fenômenos (transições de fase, capilaridade, entre outros) ocorrem dependendo simultaneamente das propriedades físico-químicas e da estrutura dos poros do material (TORRES *et al.*, 2012). A acessibilidade desses poros depende do tamanho e formato do adsorvente (vapor de água), da área e volume aprisionados e da superfície interna (rugosa ou lisa) (SING, 1982).

Igualmente para ao valor da monocamada (W_m), a constante C também apresentou tendência de aumento de seu valor com a diminuição do tamanho de partícula. O maior valor (25,45) foi para a goma carragena extrudada T5 em “fração fundo” e menor valor (8,11) foi para as partículas T5a. O parâmetro C está relacionado ao calor de adsorção da água pela goma. Supõe-se que as fortes interações adsorvente-adsorvido são favorecidas à temperaturas mais baixas (DIOSADY *et al.*, 1996). O valor de k fornece a medida da interação das moléculas presentes na multicamada com o adsorvente. Quando o valor de k é igual a 1, a multicamada tem as propriedades da água pura. Os valores de k variaram entre 0,9054 e 0,9748 (Tabela 9). Altos valores de k ($> 0,9$) podem significar que as moléculas da multicamada apresentam um comportamento que se assemelha às moléculas de um líquido (QUIRIJNS *et al.*, 2005).

Tabela 9. Valores dos parâmetros obtidos pelo ajuste dos dados experimentais de adsorção pela Equação de GAB para as gomas carragenas extrudada, não extrudada e dos produtos comerciais.

Amostra	Wm	C	k	R²
T1 a	0,05548	11,18	0,9680	0,9959
T1 b	0,05990	16,21	0,9647	0,9974
T1 c	0,06037	23,83	0,9629	0,9978
T5 a	0,05324	8,118	0,9748	0,9975
T5b	0,05694	16,28	0,9696	0,9976
T5c	0,05996	25,45	0,9669	0,9981
Não extrudada	0,05599	50,87	0,9816	0,9912
Comercial 1	0,05789	10,10	0,9336	0,9999
Comercial 2	0,06732	3,147	0,9054	0,9992

A literatura até o momento não relata estudos deste tipo utilizando goma carragena. Entretanto, recentemente ALPIZAR-REYES *et al.* (2017) estudaram as propriedades de sorção e temperatura de transição vítrea de mucilagem de sementes de tamarindo (*Tamarindus indica* L.) nas temperaturas de 20, 30 e 40 °C e, também observaram que a mucilagem apresentou o modelo tipo II (sigmoidal) e os dados experimentais para estas isotermas encaixaram satisfatoriamente nos modelos de GAB

5.7 Reologia

Observando as curvas de viscosidade (Figura 26a, b), as viscosidades de todas as amostras decresceram com o aumento da temperatura de extrusão e aumento de rotação dos parafusos sugerindo um comportamento não newtoniano do tipo pseudoplástico, que é o mais comum entre soluções de polissacarídeos e relatado por estudos realizados com goma de linhaça obtida por diferentes métodos de secagem (WANG *et al.*, 2009), mucilagem de semente de linhaça extrudada e tratada enzimaticamente (WU *et al.*, 2010), mucilagem de *Opuntia ficus-indica* (LEÓN; MARTINEZ *et al.*, 2011) e galactomananas extraídas de sementes de *Caesalpinia pulcherrima* (THOMBRE e GIDE, 2013). O comportamento

pseudoplástico ocorre porque no repouso, as partículas e/ou cadeias poliméricas que compõem o líquido encontram-se desorientadas, entrelaçadas ou enoveladas mantendo uma ordem irregular que gera uma alta viscosidade. Com o aumento da taxa de cisalhamento, as partículas se orientam e se alinham facilitando o escoamento e, assim, diminuindo sua viscosidade (SCHRAMM, 2006). Esse mesmo comportamento não foi observado para as amostras comerciais (Figura 27 c), que se enquadram em fluidos ideais em que a viscosidade é constante e, portanto, a tensão do cisalhamento é nula em qualquer ponto (fluido newtoniano).

Este aumento da temperatura de extrusão que provocou o decréscimo da viscosidade pode ter sido causado pela degradação dos polissacarídeos de alta massa molecular em outras frações compostas por polissacarídeos de mais baixa massa molecular ou monossacarídeos produzidos durante o processo de extrusão (OOMAH *et al* 1995; WU *et al.*, 2010). O decréscimo da viscosidade também pode ser um resultado do incremento de temperatura, que acelera a reação de Maillard (WU *et al* 2010), que em nosso estudo foi corroborada pela observação de mudança do padrão colorimétrico após a extrusão (Tabela 6, diminuição do índice de brancura em relação à amostra não extrudada). Estes mesmos autores também relataram decréscimo significativo da viscosidade com relação à umidade de acondicionamento das amostras submetidas à extrusão. O aumento da umidade de acondicionamento resultou em uma brusca queda da força de fricção entre o material, o cilindro e os parafusos (maior fluidez dentro do cilindro), portanto, menor cisalhamento dos parafusos sobre o material foi realizado. A degradação dos polissacarídeos foi, então, enfraquecida pela redução da força cisalhante.

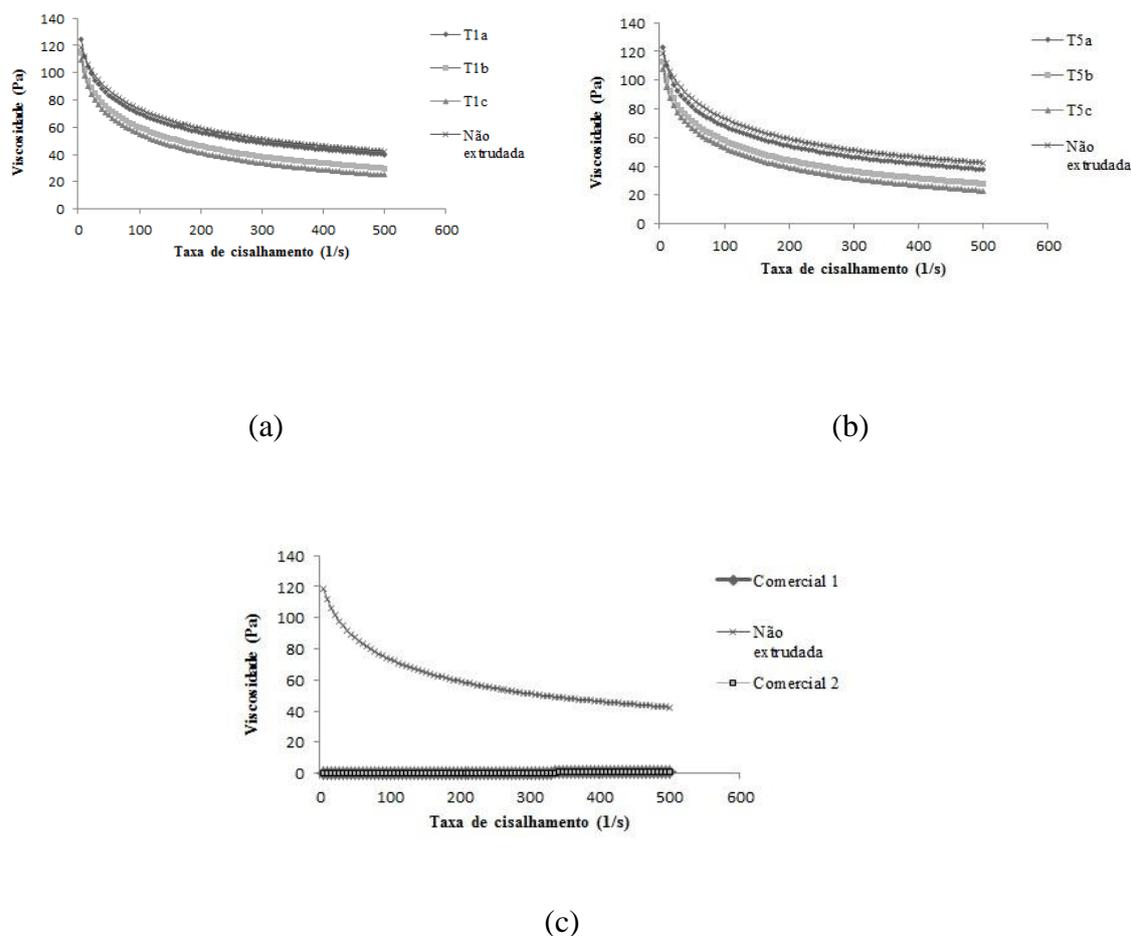


Figura 26. Curvas de viscosidade a 25°C das gomas carragenas extrudadas nas condições do tratamento T1 (a), nas condições do tratamento T5(b) e produtos comerciais (c).

É possível também observar diferenças nas curvas de viscosidade do material em diferentes tamanhos de partículas, isto é, tamanho de partícula influencia na viscosidade dos materiais. Quanto maior o tamanho da partícula, maior viscosidade observada. Esse mesmo comportamento também foi relatado por FARZI *et al.* (2015) em um estudo sobre dispersões de goma tragacante influenciadas pelo tamanho de partícula, em que as propriedades reológicas são afetadas pela homogeneização. As partículas maiores apresentaram maior oportunidade de contato umas às outras, interagindo entre si e desdobrando as suas estruturas, conduzindo a maior interação entre partículas e à formação de uma rede que reteve água e componentes solubilizados na sua estrutura, causando o aumento da viscosidade.

Em fluidos newtonianos, o índice de fluxo (n) é igual a 1, enquanto que, para fluidos pseudoplásticos é menor que 1. Portanto, conforme os valores de n apresentados na Tabela 10, todas as amostras de goma carragena nos dois tratamentos e nas 3 granulometrias apresentaram comportamento pseudoplástico. Entretanto, as amostras comerciais apresentaram o índice de fluxo (n) maior que um demonstrando um perfil newtoniano. Além disso, os valores do coeficiente de determinação (R^2) próximos a 1, indicam que o modelo de Ostwald de Waale (Lei das Potências) descreve adequadamente o comportamento de todas as gomas. Andrade (2009) estudando o comportamento reológico de goma arábica e de cajueiro extrudadas também relata o mesmo comportamento.

Tabela 10. Valores do índice de comportamento do fluido e coeficiente de determinação (R^2), calculados pelo modelo reológico Lei da Potência (Ostwald de Waale).

Amostra	n	R^2
T1a	0,8929	0,999
T1b	0,8755	0,999
T1c	0,8852	0,996
T5a	0,8851	0,994
T5b	0,8168	0,996
T5c	0,8176	0,998
Não extrudada	0,8298	0,999
Comercial 1	1,238	0,998
Comercial 2	1,264	0,992

5.8 Análises Microbiológicas

Na Tabela 11 encontram-se os resultados das análises microbiológicas da carragena não extrudada, da goma carragena extrudada nas condições do tratamento T1 (a, b, c) e nas condições do processamento T5 (a, b, c) e dos produtos comerciais. Não há na legislação brasileira padrão microbiológico estabelecido para estes materiais. Entretanto, comparado com produtos particulados correlatos como amidos, farinhas, féculas e fubá, verificou-se que todas as amostras encontraram-se dentro dos padrões de limites microbiológicos exigidos pela RDC N° 12 de 02 de janeiro de 2001 da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA).

Em todas as amostras não houve presença de *Salmonella*. Este microrganismo tem sua proliferação inibida em $A_w < 0,93$ (MONTVILLE e WINKOWSKI, 1997). Esse resultado está relacionado ao fato de nenhuma das amostras apresentarem valores para atividade de água acima de 0,93. Os hidrocoloides estudados apresentaram baixos valores de atividade de água (Tabela 7), demonstrando baixo potencial para o desenvolvimento microbiológico. Os Coliformes são microrganismos naturais do trato gastrointestinal dos animais. São capazes de fermentar a lactose com produção de gás em uma temperatura de 32-35 °C (DAVIDSON *et al.*, 2004). A presença destes microrganismos podem indicar falhas higiênicas no processamento dos alimentos. Um microorganismo indicador é definido como um marcador que reflete a condição microbiológica geral de um alimento ou ambiente (CHAPIN *et al.*, 2014). A manipulação inadequada sem Boas Práticas de Fabricação (BPF) podem levar a contaminação. Os resultados obtidos demonstraram que estes procedimentos foram seguidos e que os materiais foram armazenados corretamente devido à ausência de contagem de Coliformes a 45°C. Não há nessa legislação (RDC N° 12 de 02 de janeiro de 2001) padrão estabelecido para bolores e leveduras, mesófilos e *Staphylococcus* coagulase positiva. Entretanto, os mesmos foram avaliados e nenhuma das amostras apresentaram altas contagens para estes microrganismos

Tabela 11. Análises microbiológicas da goma carragenas não extrudada, extrudada e de produtos comerciais.

Amostras	Coliformes a 35°C (NMP/g)	Coliformes a 45°C (NMP/g)	Contagem padrão de Bactérias aeróbias mesófilas (UFC/g)	Contagem de fungos filamentosos e leveduras (UFC/g)	Deteção de <i>Salmonella</i> spp. em alimentos	Determinação e contagem de <i>Staphylococcus coagulase</i> positiva
T1a	<3	<3	2,0x10 ³	1,2x10 ³	Ausência	<1,0x10 ¹
T1b	<3	<3	5,0x10 ¹	1,1x10 ³	Ausência	<1,0x10 ¹
T1c	<3	<3	1,0x10 ²	5,0x10 ²	Ausência	<1,0x10 ²
T5a	<3	<3	5,0x10 ²	1,5x10 ³	Ausência	<1,0x10 ²
T5b	<3	<3	<1,0x10 ²	4,5x10 ³	Ausência	<1,0x10 ²
T5c	<3	<3	<1,0x10 ²	4,5x10 ³	Ausência	<1,2x10 ²
Não Extrudada	<3	<3	<1,0x10 ²	3,5x10 ³	Ausência	<1,0x10 ²
Comercial 1	<3	<3	<1,0x10 ²	1,0x10 ²	Ausência	<1,0x10 ²
Comercial 2	<3	<3	<1,0x10 ²	1,0x10 ²	Ausência	<1,0x10 ²

0

1

5.9 Composição centesimal, perfil de microelementos e avaliação da digestibilidade de carboidratos *in vitro*

Na Tabela 12 encontram-se os resultados obtidos na determinação da composição centesimal da goma carragena T1a, T1b, T1c, T5a, T5b, T5c, da carragena não extrudada e dos produtos comerciais. Nenhuma das amostras de goma carragena apresentou alto conteúdo de umidade (todas < 10%). As amostras comerciais apresentaram os menores valores de umidade (até 7%).

Todas as amostras das gomas carragenas extrudadas e não extrudada apresentaram alta quantidade de cinzas (> 14,9 %), entretanto, as amostras comerciais obtiveram valores < 1%. SEEDEVI *et al.* (2017) também encontraram valores altos para cinzas (19,7%) na análise de polissacarídeos sulfatados da alga *Gracilaria corticata*. Em um outro estudo, TIBBETTS *et al.* (2016) analisaram a qualidade nutricional de algumas algas selvagens e cultivadas. As algas continham alta quantidade de cinzas (>15%) com exceção da *Palmaria palmata* que obteve baixo teor (9%) e apresentou maior variação (9-45%) entre amostras analisadas. A goma carragena comercial utilizada provavelmente foi precipitada na forma de sal, que é comumente comercializada.

Como todas as amostras de carragena continham alta quantidade de cinzas foi realizada a análise para determinação de microelementos com intuito de se determinar metais pesados. A Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), na Resolução Nº 42 de 29 de Agosto de 2013 dispõe sobre o Regulamento Técnico do MERCOSUL sobre limites máximos de contaminantes inorgânicos em alimentos, não contemplando produtos à base de algas; entretanto, em produtos correlatos como crustáceos, os metais pesados pesquisados estão de acordo com o que se refere a arsênio (1,00 mg/kg), chumbo (0,50 mg/kg) e cádmio (0,50 mg/kg) (Tabela 13).

Em estudo sobre a avaliação da toxicidade *in vivo* de metais pesados de *Kappaphycus alvarezii*, CHUAH e TEO (2016) concluíram que as algas apresentaram metais pesados em baixa ou nenhuma concentração nos ratos albinos que foram alimentados com 2000 mg/kg de extrato metanólico das algas durante um período de 28 dias.

Como esperado, as gomas extrudadas apresentaram baixa quantidade de proteína e de extrato etéreo, inclusive os produtos comerciais. Após a extrusão, a goma carragena apresentou ligeira elevação no teor de fibra alimentar, exceto para as frações de 106 μm (b), em ambas as condições de extrusão (T1 e T5). Quanto aos produtos comerciais, o produto 1 apresenta em média 10% a menos de fibra alimentar que os produtos à base de carragena e o valor encontrado para o produto comercial 2 (9,41 g/100g) pode ser explicado pelo método analítico utilizado neste estudo, que não quantifica a inulina presente na composição do produto sendo lixiviada durante a fase de lavagem etanólica do método. Isto impacta no valor encontrado para carboidrato que é obtido por diferença apresentando um valor muito elevado (acima de 80%). Andrade (2013) também observa um ligeiro aumento no teor de fibra alimentar da goma arábica (2 % maior) após o processamento por extrusão.

A maioria dos hidrocoloides pode ser considerada fibra alimentar e, são amplamente conhecidos os benefícios dos mesmos como parte de uma dieta saudável. Estes benefícios incluem controle do peso corporal, regulação imunológica, saúde do cólon intestinal, prevenção de doenças cardiovasculares e também o controle glicêmico e da insulina no diabetes tipo 2 (DETTMAR *et al.*, 2011; YANG *et al.*, 2011; LINDSTRÖM *et al.*, 2012; FISZMAN e VARELA, 2013; GIDLEY, 2013; MUDGIL e BARAK, 2013).

As fibras alimentares são subdivididas em: fibra alimentar solúvel e fibra alimentar insolúvel, estando relacionadas à solubilidade em água. As fibras alimentares não foram detectadas após o processo de digestão *in vitro* (Tabela 11). O método utilizado para quantificação de fibra alimentar total é o método 985.29 (AOAC, 2011). Este método quantifica moléculas com alta massa molecular necessitando de cromatografia líquida de alta performance posterior para quantificar as moléculas com baixa massa molecular, que não pode ser realizada. A literatura sobre este tema é complexa devido aos diferentes tipos e doses de fibras que já foram testadas e, sobretudo, à grande variedade de protocolos experimentais.

Tabela 12. Composição centesimal de goma carragena não extrudada, extrudada e de produtos comerciais.

Amostras	Umidade (g/100g)	Cinzas (g/100g)	Proteína (g/100g)	Extrato Etéreo (g/100g)	Fibra Alimentar (g/100g)	Valor energético (g/100g)	Fibra Alimentar após digestão de carboidratos <i>in vitro</i>
T1a	9,40±0,16 ^a	15,22±0,04 ^{cd}	0,52±0,10 ^b	NQ	44,10	125,12	NQ
T1b	9,65±0,05 ^a	15,22±0,05 ^{cd}	0,46±0,09 ^c	NQ	35,25	159,52	NQ
T1c	7,48±0,10 ^c	14,90±0,02 ^{de}	0,35±0,08 ^d	NQ	44,54	115,72	NQ
T5a	9,37±0,05 ^b	15,02±0,10 ^e	0,58±0,08 ^a	NQ	46,80	149,68	0,47
T5b	8,41±0,09 ^b	15,47±0,06 ^{bc}	0,46±0,06 ^c	NQ	38,70	123,28	NQ
T5c	8,27±0,06 ^a	15,54±0,06 ^b	0,46±0,10 ^c	NQ	45,37	131,84	NQ
Não Extrudada	9,65±0,07 ^a	17,20±0,16 ^a	0,52±0,10 ^b	NQ	43,21	119,76	NQ
Comercial 1	7,18±0,09 ^c	0,66±0,09 ^f	0,29±0,00 ^e	NQ	31,55	242,44	4,35
Comercial 2	5,84±0,60 ^d	0,08±0,00 ^g	NQ	NQ	9,41	338,68	1,38

Os valores representam médias (n=3)

As médias com letras diferentes na mesma coluna são diferentes no nível de 0,05 no teste de Tukey

NQ= Não quantificado

Tabela 13. Resultado para a análise de minerais de gomas carragenas extrudadas e não extrudada.

Amostra	Chumbo	Arsênio	Cádmio	Níquel	Vanádio	Cobalto	Antimônio	Cromo	Alumínio	Cobre	Ferro	Zinco
T1a	NQ	NQ	290,66 ±9,06 ^{ab}	1139,53 ±75,66 ^{ab}	693,97 ±26,65 ^{ab}	106,60 ±9,51 ^a	NQ	3,48 ±0,19 ^a	185,70 ±6,70 ^a	1,53 ±0,17 ^{cde}	132,28 ±3,19 ^b	5,38 ±0,27 ^b
T1b	NQ	NQ	292,58 ±0,22 ^a	1090,08 ±29,62 ^b	686,22 ±4,54 ^b	98,83 ±6,10 ^a	141,46 ±0,24	3,46 ±0,24 ^a	182,00 ±2,45 ^a	1,22 ±0,09 ^{de}	129,77 ±1,96 ^b	5,10 ±0,05 ^b
T1c	NQ	NQ	287,64 ±8,50 ^a	1621,15 ±2,42 ^a	695,79 ±14,45 ^b	112,48 ±3,33 ^a	NQ	5,21 ±0,96 ^a	185,85 ±3,17 ^a	2,06 ±0,16 ^b	161,60 ±5,45 ^a	5,75 ±0,11 ^b
T5a	NQ	NQ	270,63 ±18,54 ^a	435,68 ±6,33 ^c	670,29 ±26,39 ^b	87,10 ±4,15 ^a	NQ	1,75 ±0,00 ^a	184,26 ±2,01 ^a	0,96 ±0,00 ^e	95,86 ±2,70 ^c	4,94 ±0,16 ^a
T5b	NQ	NQ	283,01 ±0,73 ^a	454,69 ±37,65 ^c	670,61 ±6,65 ^b	100,18 ±14,01 ^a	NQ	1,82 ±0,19 ^a	183,48 ±2,29 ^a	1,52 ±0,11 ^{cd}	98,35 ±0,78 ^c	5,19 ±0,20 ^b
T5c	NQ	NQ	284,90 ±10,40 ^a	544,54 ±0,00 ^c	694,43 ±7,60 ^b	99,60 ±12,30 ^a	NQ	2,12 ±0,10 ^a	186,97 ±1,30 ^a	1,81 ±0,10 ^{bc}	109,60 ±0,00 ^c	5,58 ±0,10 ^b
Não extrudada	340,90 ±26,0	NQ	344,33 ±4,70 ^b	NQ	754,68 ±8,30 ^a	103,49 ±1,90 ^a	NQ	1,18 ±0,10 ^a	207,79 ±0,20 ^b	3,83 ±0,10 ^a	92,33 ±2,20 ^{bc}	3,45 ±0,10 ^c

Os valores de Pb, As, Cd, Ni, Vn, Co, Sb estão expressos em ng/kg e Cr, Al, Cu, Fe, Zn estão expressos em mg/kg.

Os valores representam as médias (n=3).

As médias com letras diferentes na mesma coluna são diferentes ao nível de $p < 0,05$ no teste de Tukey.

NQ= Não quantificado pelo método

Segundo Resolução N° 42 de 29 de Agosto de 2013 (ANVISA), os limites máximos de contaminantes inorgânicos para crustáceos são de: 1,0 mg/kg para arsênio; 0,50 mg/kg para chumbo e 0,50 mg/kg para cádmio.

5.10 Efeito prebiótico

Como não há na literatura científica nenhum estudo até o momento a respeito do potencial efeito pré-biótico da goma carragena, foi utilizada um hidrocoloidemais conhecido para comparação, a goma arábica. Os resultados estão expressos na Figura 27.

Não se pode observar precisamente a duração da fase lag, entretanto, a fase log teve duração de 24h para as amostras extrudadas de goma carragena e para o controle (sem suplementação das gomas). A fase estacionária iniciou-se após 24h de incubação para amostras T1c, comercial 1 e o controle. As demais amostras entraram em fase estacionária somente após 32h. O produto comercial 2, que é uma mistura de goma guar parcialmente hidrolisada com inulina, apresentou multiplicação inferior em relação à todas as amostras de carragena extrudada (frações a, b, c) e não extrudada no intervalo de tempo compreendido entre 8 e 24h. O fabricante sugere na própria embalagem que esse produto deve ser administrado em diferentes horários do dia e deve-se aumentar a ingestão até observar o efeito desejado (ausência de constipação).

AZPIROZ *et al.* (2016) estudaram o efeito prebiótico de um tipo de inulina derivada de raízes chicória e sua influência no controle dos gases intestinais. Nesse estudo, 40 indivíduos de idade entre 20 e 70 anos, que apresentavam queixas como constipação intestinal e alta formação de gases, foram divididos em 2 grupos: 20 receberam 8g de inulina por dia e os restantes receberam um placebo contendo 8g maltodextrina por dia por um período de 4 semanas. As contagens de bifidobactérias foram medidas nas fezes antes, durante e após o estudo. Durante a administração do placebo e da inulina, os participantes foram relatando diariamente o que sentiam. A coleta das fezes durante o estudo mostrou que a administração de inulina aumentou significativamente ($p > 0,05$) a contagem de bifidobactérias em relação aos que consumiram o placebo e também diminuiu os gases e problemas intestinais. Em outro estudo, HA *et al.* (2016) examinaram o efeito do potencial pré-biótico de isolado de proteína de soro de leite com um nano composto de inulina e também concluíram que a inulina pode ser utilizada como fonte prebiótica.

O tamanho de partícula das gomas extrudadas (Figura 27) não influenciou o crescimento microbiano. Nota-se que todas as amostras apresentaram-se semelhantes ao

controle (sem suplementação das gomas). No tempo de 32 h, a amostra T5c demonstrou um maior crescimento (9,3 Log UFC/g) em relação ao controle (8,8 Log UFC/g)e, também, ao produto comercial 2.

Wongputtisin; Khanongnuch (2015) analisaram a atividade pré-biótica de um produto preparado a partir de goma de semente de manjericão (*Ocimum basilicum*) realizando testes *in vitro* e *in vivo*. A administração diária de 150 mg da goma durante 3 semanas em ratos *Wistar* aumentou o total de bactérias ácido-lácticas nas fezes em 1% (p/v). Embora este aumento não tenha apresentado significância estatística ($p < 0,05$), foi observado que algumas bactérias patogênicas como *Salmonella* e *Shigella* foram diminuídas.

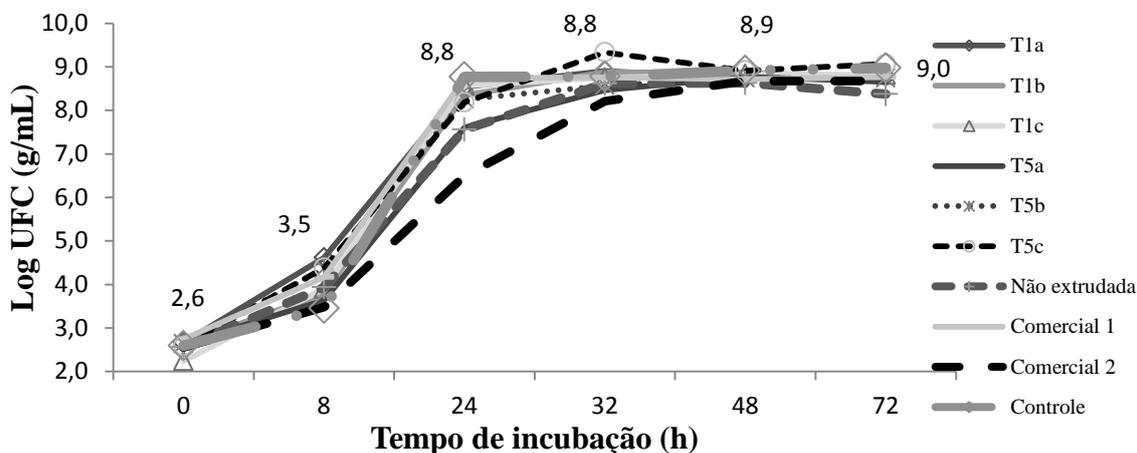


Figura 27. Curva de multiplicação de *Bifidobacterium* Bb 12 em placa contendo goma carragena extrudada, não extrudada e produtos comerciais.

6. CONCLUSÃO

Os resultados obtidos neste estudo permitem as seguintes conclusões:

6.1 Com relação ao tratamento de extrusão:

1) Dentre todos os processamentos de extrusão, o tratamento que conduziu ao menor tempo de dissolução ($Td_{25^{\circ}C} = 30$ s) da goma carragena extrudada, foi o realizado com

400 rpm, vazão de alimentação de água de 1 L/h e perfil de temperatura das 10 zonas de aquecimento da extrusora de 40, 60, 90, 120, 120, 120, 120, 120, 120 e 120 °C.

6.2 Com relação às propriedades físicas das gomas extrudadas:

1) Após a moagem e determinação do perfil de tamanho de partículas foi observado que os tratamentos 1, 2 e 4 exibiram as maiores proporções de massa retida na peneira “fundo” (<75 µm), isto é, geraram as maiores quantidades de “finos”.

2) Os melhores tempos de dissolução dos produtos foram observados com o aumento de temperatura das zonas de aquecimento da extrusora e rotação dos parafusos. Além disso, quanto maior o tamanho de partícula observou-se melhor dissolução e, portanto, o tamanho de partícula governa este fenômeno. A temperatura do líquido a 50 °C também facilitou a dissolução do produto.

3) A aglomeração/instantaneização do produto extrudado (T4) diminuiu o tempo de dissolução pela metade. Entretanto, carragena não extrudada não aglomerou.

4) Houve mudanças significativas nos parâmetros de cor instrumental do material após os tratamentos de extrusão. Notou-se que a luminosidade aumentou com a diminuição do tamanho da partícula em todos os tratamentos realizados. Partículas maiores apresentam menor índice de brancura.

5) Os valores de atividade de água de todas as amostras estão abaixo de 0,35 e não se observou qualquer tendência nos resultados com relação ao diâmetro das partículas e nem entre as condições adotadas nos tratamentos realizados. Entretanto, o tamanho de partícula influencia na densidade aparente. Quanto maior a densidade, maior o tamanho do diâmetro das partículas e a dissolução do produto.

6) Considerando o mesmo tamanho de partícula, observou-se que as amostras não apresentaram diferenças morfológicas independentemente das condições adotadas nos tratamentos T1 e T5. Entretanto, as partículas da goma carragena não extrudada são mais filamentosas e apresentam uma superfície mais lisa do que as submetidas ao processo de extrusão. Já a morfologia das partículas das amostras comerciais são tipicamente de produtos obtidos por *spray-dryer*.

7) Quanto ao perfil de cristalinidade, a goma carragena possui conformação amorfa, sem significativa modificação após o processo de extrusão nas diferentes condições adotadas dos tratamentos T1 e T5. Após um ano de armazenamento sob congelamento, observou-se que apenas o produto comercial 1, apresentava uma estrutura semicristalina

8) Todas as curvas de adsorção/dessorção das gomas carragenas extrudadas nas diferentes granulometrias (a, b, c), da goma não extrudada e dos produtos comerciais apresentaram isoterma do Tipo II. Os valores experimentais apresentaram boa correlação com o modelo GAB, com coeficiente de determinação (R^2) superior a 0,9912 para todos os ajustes realizados.

9) Na análise de viscosidade realizada, todas as amostras de goma carragena apresentaram comportamento de fluido pseudoplástico e, a viscosidade diminuiu com a diminuição do tamanho de partículas. Já as amostras comerciais enquadram-se nos fluidos ideais, isto é, newtonianos.

6.3 Com relação aos efeitos microbiológicos e fisiológicos:

1) Todas as amostras extrudadas e comerciais encontraram-se dentro dos padrões de limites microbiológicos exigidos pela RDC N° 12 de 02 de janeiro de 2001 da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), considerando produtos particulados como amidos, farinha, féculas e fubá.

2) Na análise de composição centesimal, todas as amostras das gomas carragenas extrudadas e não extrudada apresentaram alta quantidade de cinzas (> 14,9 %), entretanto, estão de acordo com a legislação para os teores permitidos de metais pesados. Após a extrusão, a goma carragena apresentou elevação no teor de fibra alimentar (2%), exceto para as frações de 106 μ m, em ambas as condições de extrusão (T1 e T5).

3) Quanto à avaliação do efeito pré-biótico, goma carragena e goma arábica extrudadas obtiveram comportamentos semelhantes quanto ao perfil de crescimento de *Bb12*. Ambas as gomas apresentaram crescimento microbiano acima dos produtos comerciais testados, indicando um efeito estimulante/potencializador para o crescimento do microorganismo.

Perspectivas:

Considerando as conclusões obtidas neste estudo, trabalhos futuros podem incluir o aumento da rotação dos parafusos (600 rpm) durante a extrusão de gomas para verificação da sua influência nos parâmetros físicos.

O efeito pré-biótico deveria ser testado utilizando meio de cultura com restrição de fonte de carbono preferencial, realizada utilizando-se a fibra alimentar digerida *in vitro*/ou utilizando-se outras cepas, incluindo patógenos.

Os testes *in vivo* com animais e humanos poderiam ser feitos para se avaliar o efeito pré-biótico dessas fibras alimentares obtidas por extrusão termoplástica.

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADITIVOS & INGREDIENTES, Editora Insumos. São Paulo, n. 79, p.25-38, Jun, 2011.

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. ANVISA. Resolução RDC nº 12 de 2 de Janeiro de 2001. Disponível em <http://www.anvisa.gov.br/legis/resol/12_01rdc.htm> Acesso em: 10 Setembro 2012.

AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. ANVISA. Resolução RDC nº 360 de 23 de dezembro de 2003. Disponível em <http://www.anvisa.gov.br/legis/resol/2003/rdc/360_03rdc.htm> Acesso em: 10 Setembro 2012.

AHMED, J.; AL-JASSAR, S.; THOMAS, L. A comparison in rheological, thermal, and structural properties between Indian Basmati and Egyptian Giza rice flour dispersions as influenced by particle size. **Food Hydrocolloids**, v. 48, p. 72-83, 6// 2015. ISSN 0268-005X.

ALI, B. H. et al. New model for adenine-induced chronic renal failure in mice, and the effect of gum acacia treatment thereon: comparison with rats. **Journal of pharmacological and toxicological methods**, v. 68, n. 3, p. 384-393, 2013. ISSN 1056-8719.

ALPIZAR-REYES, E. et al. Thermodynamic sorption properties and glass transition temperature of tamarind seed mucilage (*Tamarindus indica* L.). **Food and Bioprocess Processing**, v. 101, p. 166-176, 1// 2017. ISSN 0960-3085.

ALVAREZ, M. D.; FERNÁNDEZ, C.; CANET, W. Enhancement of freezing stability in mashed potatoes by the incorporation of kappa-carrageenan and xanthan gum blends. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 89, n. 12, p. 2115–2127, 2009.

AMERICAN OIL ASSOCIATION OF CHEMISTRY. (1995). Official methods of analysis of AOAC International. 16th. ed. Arlington: AOAC.

ANDRADE, K. C. et al. Goma de cajueiro (*Anacardium occidentale*): Avaliação das modificações químicas e físicas por extrusão termoplástica. **Polímeros**, v. 23, n. 5, p. 667-671, 2013.

AZPIROZ, F. et al. Effect of Chicory-derived Inulin on Abdominal Sensations and Bowel Motor Function. **Journal of Clinical Gastroenterology**, 2016.

BELGHITH, K. S. et al. Hypolipidemic effect of diet supplementation with bacterial levan in cholesterol-fed rats. **International journal of biological macromolecules**, v. 50, n. 4, p. 1070-1074, 2012. ISSN 0141-8130.

BELOBRAJDIC, D. P.; JENKINS, C. L. D.; BUSHELL, R.; MORELL, M. K.; BIRD, A. R. Fructan extracts from wheat stem and barley grain stimulate large bowel fermentation in rats. **Nutrition Research**, v. 32, n. 8, p. 599–606, 2012. Elsevier Inc. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.nutres.2012.06.009>>. .

BEUCHAT, L. R. et al. Low–water activity foods: increased concern as vehicles of foodborne pathogens. **Journal of Food Protection®**, v. 76, n. 1, p. 150-172, 2013. ISSN 0362-028X.

BHANDARI, P.N.; JONES, D. D., HANNA, M. A. Carboxymethylation of cellulose using reactive extrusion. **Carbohydrate Polymers**, v. 87, p. 2246– 2254, 2012.

BLACKMORE, W. R., HARPELL, A.R.. Carrageenan. In: Imeson, A. Food stabilisers, thickeners and gelling agents. West Sussex, UK. Wiley-Black Well Ed., 2010, p. 73-88.

BIXLER, H.J.; PORSE, H. A decade of change in the seaweed hydrocolloids industry. **Journal of Applied Phycology**, v. 23(3), p. 321-335, 2010.

BOURBON, A.I., PINHEIRO, A.C., RIBEIRO, C., MIRANDA, C., MAIA J.M., TEIXEIRA, J.A, VICENTE, A.A. Characterization of galactomannans extracted from seeds of *Gleditsia triacanthos* and *Sophora japonica* through shear and extensional rheology: Comparison with guar gum and locust bean gum. **Food Hydrocolloids**. v. 24 .p. 184-192, 2010.

BRASIL. Ministério da Saúde. Secretaria de Atenção à Saúde. Departamento de Atenção Básica. **Guia alimentar para a população brasileira** / Ministério da Saúde, Secretaria de Atenção à Saúde, Departamento de Atenção Básica. – 2. ed. – Brasília (2014)

BOURBON, A.I., PINHEIRO, A.C., RIBEIRO, C., MIRANDA, C., MAIA J.M., TEIXEIRA, J.A, VICENTE, A.A. Characterization of galactomannans extracted from seeds of *Gleditsia triacanthos* and *Sophora japonica* through shear and extensional rheology: Comparison with guar gum and locust bean gum. *Food Hydrocolloids*. v. 24 .p. 184-192, 2010.

CARLSON, J. et al. In Vitro Batch Fermentation Analysis of Wheat Dextrin and Partially Hydrolyzed Guar Gum-Fermentation Kinetics and Prebiotics Effects. **The FASEB Journal**, v. 29, n. 1 Supplement, p. 606.1, 2015. ISSN 0892-6638.

CARVALHO, L. L. Impactos em curto prazo sobre a estrutura da comunidade do macrobentos e de peixes recifais em costão próximo ao cultivo da macroalga *Kappaphycus alvarezii* em Paraty, RJ. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal Fluminense, 2011.

CASTELAR, B.; REIS, R. P.; MOURA, A.L.; KIRK, R. Invasive potential of *Kappaphycus alvarezii* off the south coast of Rio de Janeiro state, Brazil: a contribution to environmentally secure cultivation in the tropics. *Botanica Marina*, v. 52 (4), p. 283-289, 2009.

CAURIE, M. Hysteresis phenomenon in foods. **International journal of food science & technology**, v. 42, n. 1, p. 45-49, 2007. ISSN 1365-2621.

CHAPIN, T. K. et al. Geographical and meteorological factors associated with isolation of *Listeria* species in New York State produce production and natural environments. **Journal of Food Protection®**, v. 77, n. 11, p. 1919-1928, 2014. ISSN 0362-028X.

CHANG, Y.H., CUI, S.W., ROBERTS, K.T., NG, P.K.W., WANG, Q.. Evaluation of extrusion-modified fenugreek gum. *Food Hydrocolloids*, v.25 .p. 1296-1301, 2011.

CHEN, Y.; YE, R.; YIN, L.; ZHANG, N. Novel blasting extrusion processing improved the physicochemical properties of soluble dietary fiber from soybean residue and in vivo evaluation. **Journal of Food Engineering**, v. 120, p. 1–8, 2014. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2013.07.011>>.

CHISTÉ, R. C. et al. Hygroscopic behaviour of cassava flour from dry and water groups. **Ciência Rural**, v. 45, n. 8, p. 1515-1521, 2015. ISSN 0103-8478.

CHUAH, X. Q.; TEO, S. S. EVALUATION OF SUB-CHRONIC TOXICITY AND HEAVY METAL TOXICITY OF KAPPAPHYCUS ALVAREZII IN-VIVO. **International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research**, v. 7, n. 2, p. 573, 2016. ISSN 0975-8232.

CUQ, B.; RONDET, E.; ABECASSIS, J. Food powders engineering, between knowhow and science: Constraints, stakes and opportunities. **Powder Technology**, v. 208, n. 2, p. 244-251, 3/25/ 2011. ISSN 0032-5910.

DAHECH, I. et al. Antioxidant effect of nondigestible levan and its impact on cardiovascular disease and atherosclerosis. **International journal of biological macromolecules**, v. 58, p. 281-286, 2013. ISSN 0141-8130.

DAVIDSON, P.; ROTH, L.; GAMBREL-LENARZ, S. Coliform and other indicator bacteria. **Standard methods for the examination of dairy products**, p. 187-226, 2004.

DETTMAR, P. W.; STRUGALA, V.; RICHARDSON, J. C. The key role alginates play in health. **Food Hydrocolloids**, v. 25, n. 2, p. 263-266, 2011. ISSN 0268-005X.

DIOSADY, L. et al. Moisture sorption isotherms of canola meals, and applications to packaging. **Journal of Food Science**, v. 61, n. 1, p. 204-208, 1996. ISSN 1750-3841.

DEAN, J. R.; MA, R. Approaches to assess the oral bioaccessibility of persistent organic pollutants: a critical review. **Chemosphere**, v. 68, f.8, p. 1399-1407, 2007.

DUBOIS, M.; GILLES, K. A.; HAMILTON, J. K.; REBERS, P. A.; SMITH, F. Colorimetric method for determination of sugars and related substances. *Analytical Chemistry*, v. 28, p. 350-356, 1956.

FARZI, M. et al. Gum tragacanth dispersions: Particle size and rheological properties affected by high-shear homogenization. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 79, p. 433-439, 8// 2015. ISSN 0141-8130.

FELLOWS, P. Extrusion. In: FELLOWS, P. *Food processing technology: principles and practice*. Cambridge. Woodhead Publishing, Cap 14, p.294-308, 2002.

FEINGLOS, M. N. et al. Psyllium improves glycemic control in patients with type-2 diabetes mellitus. **Bioactive Carbohydrates and Dietary Fibre**, v. 1, n. 2, p. 156-161, 2013. ISSN 2212-6198.

FENNEMA, O. R. Dispersed systems: basic considerations, carbohydrates & food additives In: *Food Chemistry*. University of Wisconsin – Madison. Marcel Dekker Inc. caps. 3, 4 e 12. New York, 1996.

FERNÁNDEZ-GARCÍA, E.; MOSQUERA, M. I. M.; PÉREZ-GÁLVEZ, A. Changes in composition of the lipid matrix produce a differential incorporation of carotenoids in micelles. Interaction effect of cholesterol and oil. *Innovative food science and Emerging Technologies*, v.8, p.3379-384, 2007.

FISZMAN, S.; VARELA, P. The role of gums in satiety/satiation. A review. **Food Hydrocolloids**, v. 32, n. 1, p. 147-154, 2013. ISSN 0268-005X.

FITZPATRICK, J. J. et al. Investigation of the rehydration behaviour of food powders by comparing the behaviour of twelve powders with different properties. **Powder Technology**, v. 297, p. 340-348, 2016. ISSN 0032-5910.

FOOD INGREDIENTS BRASIL, 2011. Dossiê Gomas-As gomas exsudadas de plantas. n.17. 26-46p. 2011. Disponível em: www.revista-fim.com.br. Acesso em: 30 Agosto 2011.

GIDLEY, M. J. Hydrocolloids in the digestive tract and related health implications. **Current Opinion in Colloid & Interface Science**, v. 18, n. 4, p. 371-378, 2013. ISSN 1359-0294.

GÓES H.G.; REIS R.P. An initial comparison of tubular netting versus tie-tie methods of cultivation for *Kappaphycus alvarezii* (Rhodophyta, Solieriaceae) on the south coast of Rio de Janeiro State, Brazil. *Journal of Applied Phycology*, v. 23, p. 607-613, 2011.

GÓES H.G.; REIS R.P. Temporal variation of the growth, carrageenan yield and quality of *Kappaphycus alvarezii* (Rhodophyta – Gigartinales) cultivated at Sepetiba bay, southeastern Brazilian coast. *Journal of Applied Phycology*, v. 24, p. 173–180, 2012.

HA, H. K. et al. Physicochemical characterization and potential prebiotic effect of whey protein isolate/inulin nano complex. **Korean Journal for Food Science of Animal Resources**, v. 36, n. 2, p. 267-274, 2016.

HASHTJIN, A. M.; ABBASI, S. Food Hydrocolloids Nano-emulsi fi cation of orange peel essential oil using sonication and native gums. *Food hydrocolloids*, v. 44, p. 40–48, 2015. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodhyd.2014.08.017>>.

HAUGAARD, I. et al. Analytical methods for dry milk powders. **Niro Atomizer, Denmark**, 1978.

INSTITUTO BRASILEIRO GEOGRAFIA E ESTATISTICA. IBGE. Pesquisa de Orçamentos Familiares 2008-2009: Análise do Consumo Alimentar no Brasil/ IBGE, Coordenação de Trabalho e Rendimento - Rio de Janeiro : IBGE, 2011. 150 p.

INSTITUTO BRASILEIRO GEOGRAFIA E ESTATISTICA . IBGE. Rio de Janeiro. Projeto IBGE/Fundo de População das Nações Unidas - UNFPA/BRASIL (BRA/02/P02), População e Desenvolvimento: Sistematização das Medidas e Indicadores Sociodemográficos Oriundos da Projeção da População por Sexo e Idade, por Método Demográfico, das Grandes Regiões e Unidades da Federação para o Período 1991/2030 e Pesquisa Nacional por Amostra de Domicílios 2008. Disponível em < <http://www.ibge.gov.br/home/estatistica/populacao/censo2010/calendario.shtm>>. Acesso em: 02 Abril 2012.

INCA, 2012. Estimativa 2016 sobre a Incidência de Câncer no Brasil. Disponível em <<http://www2.inca.gov.br/>>. Acesso em: 02 Abril 2016.

INCOR, 2011. Cartilha “Como cuidar de seu coração”. Disponível em <<http://www.incor.usp.br/sites/webincor.15/>>. Acesso em: 02 Abril 2012.

LEÓN-MARTÍNEZ, F.; MENDEZ-LAGUNAS, L. L.; RODRIGUEZ-RAMIREZ, J. Spray drying of nopal mucilage (*Opuntia ficus-indica*): Effects on powder properties and characterization. **Carbohydrate Polymers**, v. 81, n. 4, p. 864-870, 2010. ISSN 0144-8617.

LINDSTRÖM, C. et al. Evaluation of commercial microbial hydrocolloids concerning their effects on plasma lipids and caecal formation of SCFA in mice. **Food hydrocolloids**, v. 28, n. 2, p. 367-372, 2012. ISSN 0268-005X.

MARROIG, R.G.; REIS, R.P. Does biofouling influence *Kappaphycus alvarezii* (Doty) Dotyex Silva farming production in Brazil? *Journal of Applied Phycology*, v. 23, p. 925-931, 2011.

MINISTÉRIO DA SAÚDE. Disponível em: <http://nutricao.saude.gov.br/guia_conheca.php>, Acesso em: 19 Março 2010.

MIRHOSSEINI, H.; AMID. B. T. A review study on chemical composition and molecular structure of newly plant gum. *Food Research International*. V. 46 (1), p. 387-398, 2012.

OMOBUWAJO, T.O.; BUSARI, O.T.; OSEMWEGIE, A.A. Thermal agglomeration of chocolate drink powder. *Journal of Food Engineering*, v. 46, p. 73-81, 2000.

OOMEN, A. G.; ROMPELBERG, C. J. M.; BRUEIL, M. A.; DOBBE, C. J. G.; PEREBOOM, D. P. K. H.; SIPS, A.J.A.M. Development of an in vitro digestion model for estimating the bioaccessibility of soil contaminants. *Archives of Environmental Contamination and Toxicology*, v. 44, p.281-287, 2003.

MAUREL, E. Technologie des poudre. **Granulation: tout un savior-faire. Process**, n. 1095, p. 62-65, 1994.

MIRHOSSEINI, H.; AMID. B. T. A review study on chemical composition and molecular structure of newly plant gum. *Food Research International*. V. 46 (1), p. 387-398, 2012

MONTVILLE, T.; WINKOWSKI, K. **Food microbiology: fundamentals and frontiers/Ed. by MP Doyle, LR Beuchat, TJ Montville**: Washington 1997.

MUDGIL, D.; BARAK, S. Composition, properties and health benefits of indigestible carbohydrate polymers as dietary fiber: A review. **International journal of biological macromolecules**, v. 61, p. 1-6, 2013. ISSN 0141-8130.

PALZER, S. Agglomeration of pharmaceutical, detergent, chemical and food powders — Similarities and differences of materials and processes. **Powder Technology**, v. 206, n. 1–2, p. 2-17, 1/18/ 2011. ISSN 0032-5910.

PARADA, J., AGUILERA, J. M., BRENNAN, C. Effect of guar gum content on some physical and nutritional properties of extruded products. *Journal of Food Engineering*.v.103 .p. 324-332. 2011.

PEDRO, M. A. M.; TELIS-ROMERO, J.; TELIS, V. R. N. Effect of drying method on the adsorption isotherms and isosteric heat of passion fruit pulp powder. **Food Science and Technology (Campinas)**, v. 30, n. 4, p. 993-1000, 2010. ISSN 0101-2061.

PELLIZZARI, F.; REIS, R. P. Seaweed cultivation on the Southern and Southeastern Brazilian Coast. *Revista Brasileira de Farmacognosia*, v. 21(2), p. 305-312, 2011.

PÉREZ-ALONSO, C. et al. Thermodynamic analysis of the sorption isotherms of pure and blended carbohydrate polymers. **Journal of Food Engineering**, v. 77, n. 4, p. 753-760, 2006. ISSN 0260-8774.

ROBERTS, K.T. The physiological and rheological effects of foods supplemented with guar gum. *Food Research International*. v. 44 .p. 1109-1114, 2011.

ROBERTS, K.T., CUI, S.W., CHANG, Y.H., NG, P.K.W., GRAHAM, T.. The influence of fenugreek gum and extrusion modified fenugreek gum on Bread. *Food Hydrocolloids*. v. 26, p. 350-358, 2012.

ROHART, A.; JOUAN-RIMBAUD BOUVERESSE, D.; RUTLEDGE, D. N.; MICHON, C. Spectrophotometric analysis of polysaccharide/milk protein interactions with methylene blue using Independent Components Analysis. **Food Hydrocolloids**, v.43, p. 769–776, 2015. Elsevier Ltd. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0268005X14002835>>. .

SALVIA-TRUJILLO, L. et al. Influence of particle size on lipid digestion and β -carotene bioaccessibility in emulsions and nanoemulsions. **Food Chemistry**, v. 141, n. 2, p. 1472-1480, 11/15/ 2013. ISSN 0308-8146.

SANCHES LOPES, S. M. et al. Chemical characterization and prebiotic activity of fructo-oligosaccharides from *Stevia rebaudiana* (Bertoni) roots and in vitro adventitious root cultures. **Carbohydrate Polymers**, v. 152, p. 718-725, 11/5/ 2016. ISSN 0144-8617.

SAVLAK, N.; TÜRKER, B.; YEŞILKANAT, N. Effects of particle size distribution on some physical, chemical and functional properties of unripe banana flour. **Food Chemistry**, v. 213, p. 180-186, 12/15/ 2016. ISSN 0308-8146.

SCHUBERT, H. Food particle technology. Part I: Properties of particles and particulate food systems. **Journal of Food Engineering**, v. 6, n. 1, p. 1-32, 1987/01/01 1987. ISSN 0260-8774.

SEEDEVI, P. et al. Bioactive potential and structural characterization of sulfated polysaccharide from seaweed (*Gracilaria corticata*). **Carbohydrate Polymers**, v. 155, p. 516-524, 1/2/ 2017. ISSN 0144-8617.

SING, K. Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity (Provisional). **Pure and applied chemistry**, v. 54, n. 11, p. 2201-2218, 1982. ISSN 1365-3075.

TEUNOU, E.; FITZPATRICK, J. J.; SYNNOTT, E. C. Characterisation of food powder flowability. **Journal of Food Engineering**, v. 39, n. 1, p. 31-37, 1// 1999. ISSN 0260-8774.

THOMBRE, N. A.; GIDE, P. S. Rheological characterization of galactomannans extracted from seeds of *Caesalpinia pulcherrima*. **Carbohydrate Polymers**, v. 94, n. 1, p. 547-554, 4/15/ 2013. ISSN 0144-8617.

TIBBETTS, S. M.; MILLEY, J. E.; LALL, S. P. Nutritional quality of some wild and cultivated seaweeds: Nutrient composition, total phenolic content and in vitro digestibility. **Journal of Applied Phycology**, p. 1-11, 2016. ISSN 1573-5176.

TORRES, M. D. et al. Water adsorption isotherms of carboxymethyl cellulose, guar, locust bean, tragacanth and xanthan gums. **Carbohydrate Polymers**, v. 89, n. 2, p. 592-598, 6/20/ 2012. ISSN 0144-8617.

VALDEZ, B. Food industrial processes-methods and equipment. **Tech, Rijeka, Croatia**, v. 10, p. 2491, 2012.

VELÁZQUEZ-GUTIÉRREZ, S. K. et al. Sorption isotherms, thermodynamic properties and glass transition temperature of mucilage extracted from chia seeds (*Salvia hispanica* L.). **Carbohydrate Polymers**, v. 121, p. 411-419, 5/5/ 2015. ISSN 0144-8617.

WANG, J.; JIN, Z.; YUAN, X. Preparation of resistant starch from starch–guar gum extrudates and their properties. *Food Chemistry*, v.101, p. 20-25, 2007.

WOLF, B. Polysaccharide functionality through extrusion processing. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, v.15, p. 50-54, 2010.

WONGPUTTISIN, P.; KHANONGNUCH, C. Prebiotic properties of crude oligosaccharide prepared from enzymatic hydrolysis of basil seed gum. **Food Science and Biotechnology**, v. 24, n. 5, p. 1767-1773, 2015. ISSN 1226-7708.

WU, M.; LI, D.; WANG, L. J.; ZHOU, Y. G.; MAO, Z. H. Rheological property of extruded and enzyme treated flaxseed mucilage. *Carbohydrate Polymers*, v.80, p. 460-466, 2010.

YANG, B. et al. Structural characterisation and bioactivities of hybrid carrageenan-like sulphated galactan from red alga *Furcellaria lumbricalis*. **Food chemistry**, v. 124, n. 1, p. 50-57, 2011. ISSN 0308-8146.

YOON, S. J.; CHU, D. C.; JUNEJA, L. R. Chemical and physical properties, safety and application of partially hydrolysed guar gomas dietary fibre. *Journal of Clinical Biochemistry and Nutrition*, v.42, p.1-7, 2008.

YU, L.; CHRISTIE, G. Measurement of starch thermal transitions using differential scanning calorimetry. *Carbohydrate Polymers*, v. 46, p. 179-184, 2001.

ZHANG, M., Bai, X., &ZHANG, Z. (2011).Extrusion process improves the functionality of soluble dietary fiber in oat bran. *Journal of Cereal Science*, 54, 98-103.

ZHANG, J.; PEPPARD, L.; REINECCIUS, G. A. Preparation and characterization of nanoemulsions stabilized by food biopolymers using microfluidization. , , n. October 2014, p. 288-294, 2015.

SEISUN, D. Introduction. In: Imeson, A. Food stabilisers, thickeners and gelling agents. West Sussex, UK. Wiley-Black Well Ed., 2010, p. 1-10.

SERENO, M. N., HILL, S. E., MITCHELL, J. R. Impact of the extrusion process on xanthan gum behavior. *Carbohydrate Research*. v. 342, p. 1333-1342, 2007.

SUMMER, J. B. The estimation of sugar in diabetic urine using dinitrosalicilic acid. *Journal of Biological Chemistry*, v. 62, p. 287-290, 1924.

TATIRAT, O., CHAROENREIN, S., KERR, W. L. Physicochemical properties of extrusion modified konjac glucomannan. *Carbohydrate Polymers*. v.87 .p. 1545-1551. 2012.

TOSIN, F. F. S. Polissacarídeos da goma de exsudado e da polpa dos frutos de *Prunus persica*: caracterização estrutural e análises reológicas. 2008. 145f. Tese (Doutorado).

Setor de Ciências Biológicas, Universidade Federal do Paraná. Curitiba, 2008.

TOWLE, G.A.; WHISTLER, R.L. Hemicelluloses and gums. In: MILLER, L.P. *Phytochemistry: the process and products of photosynthesis*, v.1, p.198-248. New York: Van Nostrand Reinhold, 1973.

TSYMAN, D. N.; THOR, S.; KROSER, J. A. Treatment of Irritable Bowel Syndrome in Women. *Gastroenterology Clinical North American*, v. 40, p. 265-290, 2011.

WANG, J.; JIN, Z.; YUAN, X. Preparation of resistant starch from starch–guar gum extrudates and their properties. *Food Chemistry*, v.101, p. 20-25, 2007.

WOLF, B. Polysaccharide functionality through extrusion processing. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, v.15, p. 50-54, 2010.

WU, M.; LI, D.; WANG, L. J.; ZHOU, Y. G.; MAO, Z. H. Rheological property of extruded and enzyme treated flaxseed mucilage. *Carbohydrate Polymers*, v.80, p. 460-466, 2010.