



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS – UFSCar
Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia – CCET
Departamento de Química – DQ
Programa de Pós-Graduação Profissional em Química – PPGPQ

Substituição do Azodicarbonamida (ADA) na Produção de Pão Francês: Avaliação de Reagentes Alternativos por Planejamento Fatorial

Patricia Aparecida Pilegi de Almeida Carvalho*

Dissertação apresentada como parte dos requisitos para obtenção do título de MESTRE PROFISSIONAL EM QUÍMICA, área de concentração: QUÍMICA TECNOLÓGICA.

Orientador: Prof. Dr. Edenir Rodrigues Pereira Filho

*Vínculo Empregatício: Corbion Produtos Renováveis LTDA, Araucária - PR

São Carlos - SP
Dezembro/2025



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Química

Folha de Aprovação

Defesa de Dissertação de Mestrado da candidata Patricia Aparecida Pilegi de Almeida Carvalho, realizada em 16/12/2025.

Comissão Julgadora:

Prof. Dr. Edenir Rodrigues Pereira Filho (UFSCar)

Profa. Dra. Maria Eugenia de Oliveira Mamede (UFBA)

Profa. Dra. Anna Flavia de Souza Silva (VHL UAS)

O Relatório de Defesa assinado pelos membros da Comissão Julgadora encontra-se arquivado junto ao Programa de Pós-Graduação em Química.

“Não há saber mais ou saber menos: há saberes diferentes.”

(Paulo Freire)

AGRADECIMENTOS

Este mestrado foi uma jornada de aprendizado, desafios e crescimento que não teria sido possível sem pessoas muito especiais. Agradeço em primeiro lugar a Deus, pela vida, saúde, sabedoria e serenidade que me fortaleceu diante dos desafios e guiou meus passos até aqui.

Agradeço, com o coração cheio de gratidão e admiração, ao meu orientador, Prof. Dr. Edenir Rodrigues Pereira Filho, por acreditar no meu trabalho, por toda orientação cuidadosa, paciência e dedicação ao longo dessa trajetória. Sua generosidade em compartilhar seus conhecimentos foram fundamentais durante o desenvolvimento desta dissertação.

Agradeço a Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), em especial aos professores dos Programas de Pós-Graduação em Química – PPGQ e Pós - Graduação Profissional em Química (PPGPQ) que pude conhecer ao longo do mestrado, profissionais esses que foram grandes mestres e têm a minha admiração.

Agradeço a minha família, pelo suporte e paciência todas as vezes que precisei dedicar meu tempo aos estudos, principalmente meu marido e companheiro Luiz Ricardo e meu filho Samuel.

Agradeço aos meus pais Carlos Roberto e Rosemere por todo o suporte e por sempre me incentivarem a estudar e buscar realizar meus sonhos e objetivos.

Agradeço a empresa Corbion pelo apoio durante todo o mestrado, disponibilizando os recursos para que esse projeto fosse possível, em especial, ao meu chefe Jose Penna pela confiança depositada.

Agradeço a todos os meus colegas de trabalho que de alguma maneira contribuíram com ideias, conversas e conselhos, em especial ao meu colega Eliezer Dutra que me apoiou na realização dos experimentos dessa dissertação.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Gerador Plackett e Burman	19
Tabela 2: Plackett e Burman design para PB16	20
Tabela 3: Rotatable Central Composite design	22
Tabela 4: Etapas dos ensaios	24
Tabela 5: Parâmetros e definições medidos nos pães	26
Tabela 6: Matriz Plackett Burman (PB20) da triagem, fase I	31
Tabela 7: Receita e processo da triagem	32
Tabela 8: Planejamento CCD da pós triagem	33
Tabela 9: Receita e processo etapa pós triagem	34
Tabela 10: Identificação dos pães e códigos.....	35
Tabela 11: Receita da etapa da análise sensorial.....	36
Tabela 12: Ordem e codificação das bandejas da análise sensorial	38
Tabela 13: Coeficientes mantidos e os valores médios calculados	44
Tabela 1A: Dados normalizados 2h de fermentação, triagem fase I.....	58
Tabela 2A: Dados normalizados 3h de fermentação, triagem fase I.....	61
Tabela 3A: Dados normalizados 2h de fermentação, triagem fase II.....	63
Tabela 4A: Dados normalizados 3h de fermentação, triagem fase II.....	65
Tabela 5A: Resultados dos cálculos na Triagem	67
Tabela 6A: Dados normalizados da fase III com 15 horas de fermentação	67
Tabela 7A: Anova da fase III (PÓS TRIAGEM).....	70
Tabela 8A: Dados de Mixolab do Gráfico standard do protocolo Chopin+.....	71
Tabela 9A: Dados de Alveografia.....	71
Tabela 10A: Dados de Reofermentografia	72

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Estrutura das proteínas na farinha de trigo	5
Figura 2: Estutura do amido	6
Figura 3: Reação química do fermento na massa	6
Figura 4: Fluxograma das etapas do processo de pão francês	8
Figura 5: Mistura e desenvolvimento da massa	9
Figura 6: Divisão da massa.....	9
Figura 7: Modeladoras para modelagem da massa	10
Figura 8: Ultracongelador	11
Figura 9: Pães após fermentação em câmara	12
Figura 10: Forno Turbo	12
Figura 11: Pães após assamento.....	13
Figura 12: Formulário da ABNT NBR 16170	14
Figura 13: Exemplo de pães segundo ABNT NBR 16170	15
Figura 14: Estrutura molecular do Azodicarbonamida (ADA).	15
Figura 15: Mecanismo de ação do ADA nas proteínas.....	16
Figura 16: Rotatable Central Composite design.	21
Figura 17: Medidor de volume para os pães produzidos.	25
Figura 18: Parâmetros	25
Figura 19: Imagem em 2D e 3D geradas pelo software do equipamento Volscan.	27
Figura 20: Mixolab para análise reológica da massa.....	28
Figura 21: Alveógrafo para caracterização reológica da massa.	29
Figura 22: Rheo F4 – Reofermentômetro.....	30
Figura 23: Apresentação dos pães na análise sensorial.	37
Figura 24: Coeficientes e efeitos com 2h de fermentação – Fase I.	40
Figura 25: Coeficientes e efeitos com 3h de fermentação – Fase I.	40
Figura 26: Coeficientes e efeitos com 2h de fermentação – Fase II.	41
Figura 27: Coeficientes e efeitos com 3h de fermentação – Fase II.	41
Figura 28: Variância explicada da fase III	42
Figura 29: Scores da PCA, fase III	42
Figura 30: Loadings da PCA, fase III.....	43
Figura 31: Comparativo das análises de Mixolab	46
Figura 32: Comparativo das análises de Alveografia	47
Figura 33: Comparativo das análises de Reofermentografia.....	48
Figura 34: Análise geral.	49
Figura 35: Grau de diferença apenas dos degustadores que acertaram.....	50
Figura 36: Diferenças observadas pelos degustadores que acertaram	50
Figura 37: Resultado da análise sensorial afetiva quantitativa	51
Figura 1A: Variância explicada, triagem fase I	72
Figura 2A: Variância explicada, triagem fase I	72
Figura 3A: Scores da PCA na fase I.....	73
Figura 4A: Scores da PCA na fase II.....	73
Figura 5A: Loadings da PCA na fase I	73
Figura 6A: Loadings da PCA na fase I	74
Figura 7A: Pães referência, Fase III	74
Figura 8A: Pães variável EOE1 da Pós triagem (Fase III).....	74
Figura 9A: Pães variável EOE8 da Pós triagem (Fase III).....	75
Figura 10A: Pães variável N1 da Pós triagem (Fase III).....	75
Figura 11A: Pães variável N3 da Pós triagem (Fase III).....	75

RESUMO

SUBSTITUIÇÃO DO AZODICARBONAMIDA (ADA) NA PRODUÇÃO DE PÃO FRANCÊS: AVALIAÇÃO DE REAGENTES ALTERNATIVOS POR PLANEJAMENTO FATORIAL. No Brasil o pão francês é um alimento consumido diariamente, mas apesar de popular, muitos não imaginam os desafios enfrentados pela indústria para obter um produto sempre com a mesma qualidade, independente das variações de processo industrial ou oscilações na qualidade da farinha de trigo, principalmente em épocas de mudanças de safra do trigo. Diante desse cenário, as indústrias utilizam de aditivos químicos alimentares na produção do pão francês, permitindo assim que o alimento mantenha o padrão de textura e características físicas, tais como volume, craquelado e pestana (típico corte no topo), esperados pelos consumidores. O Azodicarbonamida (ADA) é um composto químico utilizado na produção do pão francês, mas com uso restrito ou banido em alguns países, principalmente pelo potencial tóxico para as pessoas que preparam os pães e derivados. No Brasil, o uso do ADA é permitido, a partir de limites determinados pela Anvisa (Agência Nacional de Vigilância Sanitária), no entanto, identificar ingredientes e coadjuvantes de tecnologia que permitam a substituição desse reagente, sem grandes impactos de custo, processo, qualidade e principalmente nas características do pão francês é crucial, sendo assim, a utilização de ferramentas quimiométricas relacionadas com *Design of Experiments* (DoE) e análise exploratória de dados, torna-se uma ferramenta importante na avaliação de potenciais substituintes do ADA. Desta forma, essa dissertação de mestrado teve como objetivo a substituição do ADA na produção de pão francês, utilizando ferramentas quimiométricas para triagem e definição de ingredientes sustentáveis e coadjuvantes de tecnologia. Assim contribuindo para o desenvolvimento de uma solução mais próxima de um *clean label* (rótulo limpo) e de uso industrial que refletirá em alternativas de pães mais saudáveis aos consumidores. Os dados foram obtidos a partir da medição dos pães pelo método de topografia a laser (Volscan), bem como pela medição das interações reológicas do ingrediente e/ou coadjuvante com a farinha de trigo, através dos métodos de Alveografia, Mixolab e Reofermentômetro.

Palavras-chave: *Plackett & Burman, PB, Central Composite Design, CCD, Planejamento de experimentos, DoE, Pão francês, Azodicarbonamida, Enzimas, aditivos, Farinha de trigo, reologia, Mixolab, Alveógrafo, Reofermentômetro, Análise sensorial.*

ABSTRACT

SUBSTITUTION OF AZODICARBONAMIDE (ADA) IN BRAZILIAN FRENCH-STYLE BREAD/ROLL MANUFACTURING: ASSESSMENT OF ALTERNATIVE AGENTS VIA FACTORIAL EXPERIMENTAL DESIGN. In Brazil, French-style bread/roll is a food consumed daily, but despite its popularity, many people are unaware of the challenges faced by the industry in maintaining consistent product quality, regardless of variations in industrial processes or fluctuations in wheat flour quality, especially during periods of wheat crop changes. Given this scenario, industries use food-grade chemical additives in the production of French-style bread/roll, which allows the product to maintain the expected standards of texture and physical characteristics such as volume, crust cracking, and “eyelash” (the typical split on top) demanded by consumers. Azodicarbonamide (ADA) is a chemical compound used in French-style bread/roll production, but its use is restricted or banned in some countries, mainly due to its potential toxicity to workers who handle bread and related products. In Brazil, the use of ADA is permitted within the limits established by Anvisa (the Brazilian Health Regulatory Agency). However, identifying ingredients and processing aids that can replace this reagent without major impacts on cost, processing, quality, and especially on the sensory and physical characteristics of French-style bread/roll is crucial. Therefore, the use of chemometric tools related to Design of Experiments (DoE) and exploratory data analysis becomes an important approach for evaluating potential ADA substitutes. In this way, this master’s thesis aimed to replace ADA in French-style bread/roll production by applying chemometric tools for the screening and selection of sustainable ingredients and processing aids. Thus, contributing to the development of a solution closer to a clean-label principles and suitable for industrial use, supporting the availability of healthier bread alternatives for consumers. The data were obtained through laser topography measurements of the breads (Volscan), as well as through the measurement of the rheological interactions between the ingredient and/or processing aid and wheat flour using Alveograph, Mixolab, and Rheofermentometer methods.

Keywords: *Plackett & Burman, PB, Central Composite Design, CCD, Design of Experiment, DoE, French-style bread/roll, Azodicarbonamide, Enzymes, additives, Wheat Flour, Rheology, Mixolab, Alveograph, Rheofermentometer, Sensory analysis.*

SUMÁRIO

RESUMO	vii
ABSTRACT	viii
1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS E JUSTIFICATIVAS	3
2.1 OBJETIVOS	3
2.2 JUSTIFICATIVAS	3
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
3.1 PÃO FRANCÊS: DEFINIÇÃO E COMPOSIÇÃO	5
3.2 ADA	15
3.3 QUIMIOMETRIA	18
3.4 ANÁLISE SENSORIAL	23
4. PROCEDIMENTOS E MATERIAIS	24
4.1 TRIAGEM	30
4.3 PÓS TRIAGEM	33
4.2 SENSORIAL	35
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	39
5.1 TRIAGEM	39
5.2 PÓS TRIAGEM	41
5.3 ANÁLISE SENSORIAL	49
6. CONSIDERAÇÕES FINAIS	52
7. REFERÊNCIAS	53
APÊNDICE	58

1. INTRODUÇÃO

A origem do pão francês apresenta diversas versões, sendo uma delas pela necessidade dos franceses em produzir de forma rápida e fácil um alimento nutritivo, economizando tempo e dinheiro ao empregar ingredientes simples. No Brasil o pão francês deve ter sido introduzido na cidade de São Paulo, no século XIX, juntamente com a chegada de imigrantes Italianos que, habituados em consumir pães frescos diariamente, teriam iniciado esse costume. [1] Segundo a pesquisa de mercado do Serviço Brasileiro de Apoio às Micro e Pequenas Empresas (Sebrae), o consumo *per capita* do brasileiro é de 22,61kg de pães por ano, sendo que dos pães consumidos, 52% é pão francês, o que mostra sua preferência pelos brasileiros. [2]

Os principais ingredientes do pão francês são farinha de trigo, água, sal, fermento biológico e melhorador de farinha. A farinha de trigo é o ingrediente que contém as proteínas que constituem o glúten, que após formado, auxilia na retenção de gás carbônico na massa durante a fermentação e contribui para o volume dos pães. A água permite o controle da temperatura da massa, hidratação da rede de glúten e desenvolvimento do pão durante a fermentação. O sal além de ajudar no desenvolvimento da massa e fortalecimento da rede de glúten, impacta diretamente na fermentação e características dos pães, tais como sabor, formação da crosta e conservação do produto. O fermento é responsável pelo processo de fermentação e crescimento da massa, por meio do consumo do açúcar pela levedura, produzindo gás carbônico, álcool e substâncias aromáticas. O melhorador de farinha é um aditivo alimentar cuja adição deve seguir a legislação sanitária vigente e tem por finalidade melhorar a qualidade tecnológica conforme sua finalidade. [3]

Entre os melhoradores de farinha mais comumente empregados estão diversos compostos orgânicos comerciais. Nessa dissertação de mestrado um desses compostos foi objeto de estudo no sentido de identificar um substituinte adequado. O Azodicarbonamida (ADA) é um melhorador de farinha que atua no momento de formação da massa, a partir da oxidação dos grupos sulfídricos (SH), sendo a biureia, o principal produto da reação. [4] No Anexo III da instrução normativa N° 211 da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (Anvisa), de 1° de março de 2023, reporta que no Brasil o ADA pode ser empregado como melhorador de farinha na produção de pães, respeitando o limite máximo de 40 mg/kg de produto. [5]

Atualmente observa-se uma maior preocupação dos consumidores com a saúde e qualidade de vida de forma geral, nesse contexto mais atenção tem sido dada aos rótulos dos alimentos, levando assim ao surgimento do termo “Clean Label”, ou seja, “rótulo limpo”. Esse termo nasce da necessidade de os alimentos apresentarem rótulos com ingredientes de fácil compreensão e livres de conservantes, acidulantes, corantes artificiais e outros aditivos químicos, dessa forma, alimentos com o apelo *clean label* são considerados mais saudáveis. Devido a essas mudanças no perfil de comportamento do consumidor, as empresas buscam investir no desenvolvimento de produtos inovadores com tendência de saudabilidade. [6]

Dentro desse contexto, é importante identificar ingredientes e coadjuvantes de tecnologia que permitam a substituição parcial ou total do ADA na produção do pão francês, sem grandes impactos no custo, processo, qualidade e característica do produto final. Desta forma, a utilização de ferramentas alinhadas com os conceitos de *Design of Experiments* (DoE) é importante no sentido de acelerar a obtenção de resultados das pesquisas.

2. OBJETIVOS E JUSTIFICATIVAS

2.1 OBJETIVOS

O objetivo desta dissertação de mestrado profissional é identificar um produto que permita substituir total ou parcialmente o ADA utilizado na produção de pão francês. Assim, foram avaliados diferentes ingredientes sustentáveis e coadjuvantes de tecnologia, utilizando para tal ferramentas quimiométricas relacionadas com *DoE* e análise exploratória de dados. Esses ingredientes foram codificados para preservar as informações confidenciais da empresa.

2.2 JUSTIFICATIVAS

O propósito da Corbion é contribuir para a melhor saúde, produção e preservação dos alimentos e do planeta. Para isso, como parte da estratégia do negócio, a empresa vem investindo nas áreas de preservação natural de alimentos, ingredientes a base de algas, ácido lático e derivados e polímeros naturais. Assim, foram tomadas atitudes no sentido de identificar soluções e produtos mais sustentáveis que vem de encontro a sua busca constante de “Preservar o que importa” e compromisso firmado com a Organização das Nações Unidas (ONU) através dos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS) global de contribuição para a fome zero e agricultura sustentável, saúde e bem estar e consumo e produção responsáveis. [7] Os mercados de atuação da Corbion são focados nos segmentos de Saúde e Nutrição, e ingredientes e soluções funcionais, sendo este segundo representado por 80% do seu portfólio, considerando as seções relacionadas com alimentos, bioquímicos e ácido lático para plásticos PLA (*Poly Lactic Acid*). [7] Em alimentos, a Corbion possui longa experiência na indústria de panificação, com emulsificantes, blends funcionais e preservantes que permitem melhor condicionamento de massa, aumento da maciez ao longo da vida de prateleira e maior preservação, em diferentes produtos de panificação. [8]

O pão francês é um alimento tradicional no Brasil e consumido principalmente no período da manhã e no lanche da tarde. [3]. Ele pode ser definido como um produto fermentado, preparado a partir de farinha de trigo, cloreto de sódio, levedura e água, caracterizando-se por apresentar casca crocante de cor castanho-dourada, miolo de

cor branco-creme, textura e granulação fina não uniforme. [9] O melhorador é um aditivo alimentar agregado a farinha de trigo utilizada na produção do pão francês, que tem como função auxiliar no reforço da rede de glúten e capacidade de retenção de gás da massa durante a fermentação. [3] O ADA é um produto químico sintético que em temperatura ambiente se apresenta na forma de um sólido cristalino de cor amarelo alaranjado. A exposição prolongada pode causar sensibilidade na pele e sintomas respiratórios, como por exemplo asma. Entretanto, ainda não existem estudos que avaliem os potenciais efeitos genotóxicos, carcinogênicos e reprodutivos da exposição do ADA em humanos. [10]

A necessidade de maior transparência na comunicação e a mudança na percepção dos consumidores, fez com que surgisse o termo *clean label*, ou seja, uma denominação da indústria para rótulos dos alimentos mais fáceis de serem compreendidos e sem a presença de aditivos químicos na sua composição, que para o consumidor remete a alimentos mais saudáveis e sustentáveis. [11] Assim, dentro deste contexto, o mercado de panificação vem sinalizando a necessidade de soluções *clean label*, no que tange à produção de pão francês, o ADA é um dos produtos que se substituído permitirá um posicionamento mais próximo de um produto mais saudável para os consumidores.

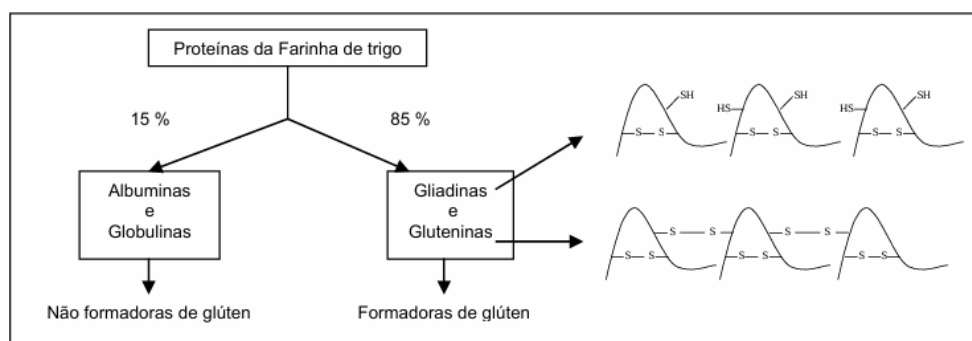
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 PÃO FRANCÊS: DEFINIÇÃO E COMPOSIÇÃO

O pão francês é um pão com cerca de 50 gramas a unidade, tradicionalmente consumido no Brasil, principalmente durante o café da manhã e lanche da tarde. [3] Ele pode ser definido como um produto fermentado, preparado a partir de farinha de trigo, cloreto de sódio, levedura e água, caracterizando-se por apresentar casca crocante de cor castanho-dourada, miolo de cor branco-creme, textura e granulação fina não uniforme. [9]

A farinha de trigo é o ingrediente em maior quantidade na receita (cerca de 65%), capaz de fornecer as proteínas gliadina e glutenina que com hidratação e trabalho mecânico formam a rede de glúten e fornecem características de extensibilidade e elasticidade a massa. Conforme a Figura 1, as proteínas se dividem em não formadoras de glúten (correspondente a 15%), albuminas e globulinas, e as formadoras de glúten (correspondente a 85%), gliadina e glutenina. As gliadinas apresentam ligação dissulfeto intramoleculares, que resultam na característica de extensibilidade da massa, por sua vez, as gluteninas possuem ligações dissulfeto inter e intramoleculares, o que permite a massa uma característica mais coesa e elástica. [12]

Figura 1 – Estrutura das proteínas na farinha de trigo.



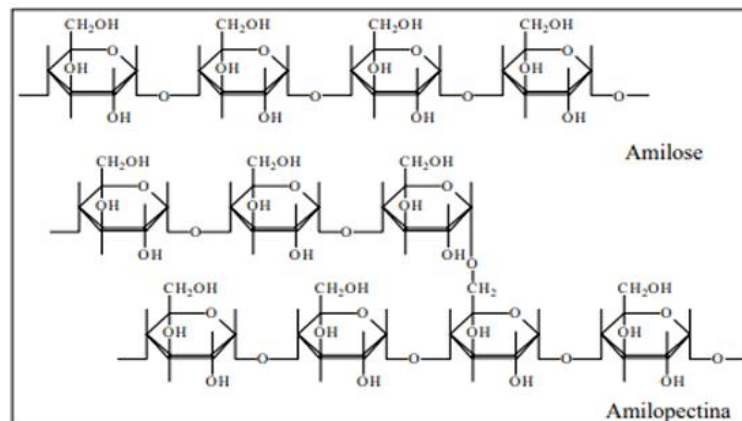
Fonte: PENFIELD; CAMPBELL, 1990 [12]

Em processos de massa congelada sugere-se o uso de farinhas de trigo com conteúdo proteico superior a produção de pão francês convencional e alta resistência

a extensão, pois durante o congelamento e posterior descongelamento da massa, a rede de glúten tem sua resistência comprometida. [13]

O amido é o principal carboidrato presente na farinha de trigo, ele é formado pela amilose, um polímero de cadeia linear com ligações glicosídicas α -1,4 e a amilopectina, com cadeia ramificada de ligações glicosídicas α -1,4 e a α -1,6, conforme Figura 2. [14]

Figura 2 – Estrutura do amido.

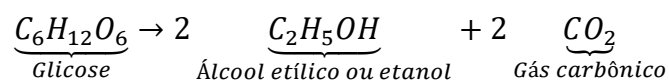


Fonte: STAUFFER, 1998 [14]

A água é responsável pela hidratação e mistura dos ingredientes da receita, bem como pelo controle da temperatura da massa. A quantidade de água utilizada na produção do pão francês pode variar entre 55% a 65%, a depender da qualidade da farinha de trigo e do processo de produção. [15]

O fermento é constituído por leveduras da cepa *Saccharomyces cerevisiae*, que em condições ideais de anaerobiose, consomem os açúcares fermentescíveis na massa (glicose, frutose, sacarose e maltose) e os convertem em álcool e gás carbônico, conforme equação da Figura 3. [15]

Figura 3 – Reação química do fermento na massa.



Fonte: MATUDA, 2008 [15]

O gás carbônico produzido é responsável pelo crescimento do pão e formação dos alvéolos, já o álcool produzido é evaporado no forneamento, mas auxilia no crescimento durante a cocção e no chamado salto de forno. [15] A levedura (fermento) apresenta um papel fundamental para produção de massas congeladas, por esse motivo, recomenda-se o uso de leveduras osmo-resistentes e líquidas.[13]

O sal ou cloreto de sódio (NaCl), permite que o sabor do pão seja realçado, facilita o manuseio da massa e fortalece a rede de glúten. O seu uso deve ser equilibrado, pois o excesso prejudica a ação do fermento, deixando o pão pesado e duro pelo enrijecimento da rede de glúten, já a falta de sal, permite que a fermentação ocorra de maneira muito rápida, resultando em amolecimento da massa e perda de volume dos pães. [16]

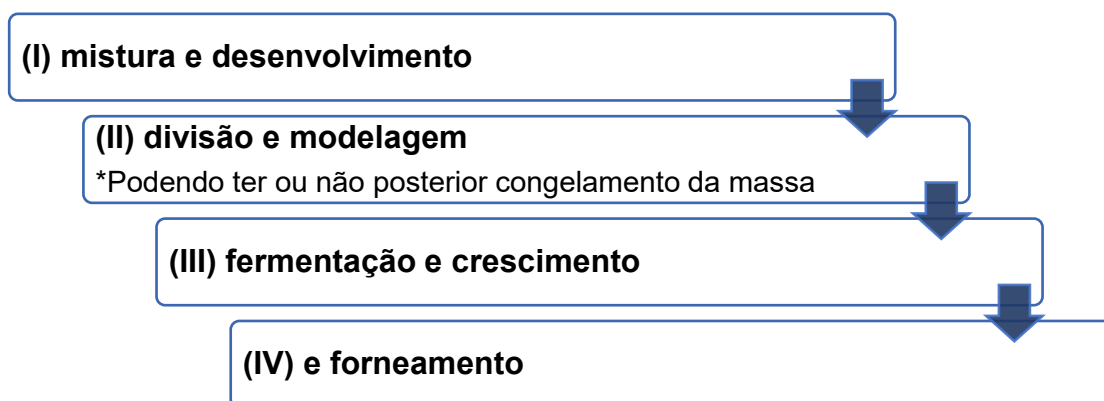
O melhorador é um aditivo alimentar agregado a farinha de trigo utilizada na produção do pão francês. Sua função é auxiliar no reforço da rede de glúten e capacidade de retenção de gás da massa durante a fermentação. [3] O Anexo III da instrução normativa N° 211 (Anvisa), de 1° de março de 2023 informa os produtos classificados como melhoradores e os limites máximos de aplicação para cada um deles. [5]

3.1.1 Processo de produção do pão francês

As etapas de mistura, fermentação e assamento constituem o processo básico de panificação. Na mistura, todos os componentes da receita são misturados até que a massa atinja uma consistência ideal. Durante a fermentação ocorre o descanso da massa, realce do sabor, aroma, e produção de CO₂ e etanol (ver Figura 3). O CO₂ é produzido pela levedura durante o consumo do açúcar da massa com seu sistema enzimático. No assamento, através da ação do calor, alterações físicas e químicas ocorrem, tais como a desnaturação das proteínas, gelatinização do amido, inativação enzimática, produção de cor e aroma com a reação de caramelização e de Maillard.[17]

O processo de produção do pão francês, pode ser definido pela empresa de panificação, mas usualmente ocorre conforme as seguintes etapas, Figura 4 [18]:

Figura 4 – Fluxograma das etapas do processo de pão francês



Fonte: elaborado pela autora

Nos dias atuais, o congelamento da massa do pão francês vem se intensificando, sendo essa etapa realizada logo após a divisão e modelagem da massa. O congelamento trás praticidade e flexibilidade na produção, conveniência e redução de custos, uma vez que evita o trabalho noturno em padarias, supermercados e lojas de conveniência que vendem o pão francês a consumidores exigentes que buscam pães frescos a qualquer hora do dia. [13] [19]

Na etapa de (I) mistura e desenvolvimento da massa, sugere-se uma ordem de adição dos ingredientes, sendo primeiramente a farinha e fermento biológico seco. No caso de se tratar de fermento fresco, esse deverá ser o último ingrediente adicionado na mistura, considerando o ajuste de sua quantidade para 3 vezes a quantidade utilizada do seco. Na sequência, a adição do melhorador de farinha, água, sendo essa ministrada aos poucos e em temperaturas de 4°C a 13°C, e por fim o sal. Além da mistura na amassadeira, algumas empresas podem concluir o desenvolvimento da massa utilizando de cilindros até desenvolvimento completo e formação da rede de glúten. O processo de mistura e desenvolvimento, Figura 5, permite a incorporação do ar e oxidação da massa, o que contribui para o fortalecimento do glúten e pães com maior volume. Ao final da mistura, a massa não pode exceder a temperatura de 29°C para que não ocorra prejuízos a rede de glúten. [18] [20]

Figura 5 – Mistura e desenvolvimento da massa.



Fonte: Corbion Produtos Renováveis LTDA.

Em processos de massas congeladas, a quantidade de água deverá ser reduzida em aproximadamente 2%, o que resulta em massas mais firmes e com menor formação de cristais de gelo no congelamento. A temperatura final da massa depois da mistura precisa ser preferencialmente abaixo de 20°C a fim de evitar o início do processo de fermentação, sendo assim, para atingir essa temperatura, parte da água é substituída por gelo e os demais ingredientes mantidos refrigerados.[13]

A (II) divisão, como o próprio nome sugere, é a etapa em que a massa é dividida em pesos iguais, conforme Figura 6, para então ser submetidas à (III) modelagem em modeladoras e posteriormente dispostas em esteiras. [18] [20]

Figura 6 – Divisão da massa.



Fonte: Corbion Produtos Renováveis LTDA.

As modeladoras, Figura 7, são equipamentos que realizam a laminação, enrolamento e alongamento da massa. [18] [20]

Figura 7 – Modeladora para modelagem da massa.



Fonte: Corbion Produtos Renováveis LTDA.

Quando se trata de massas congelados, após a divisão e modelagem elas devem seguir para o ultracongelador, Figura 8, com velocidade de congelamento lenta o suficiente para prevenir a formação de cristais no interior da célula e rápida o bastante para diminuir a exposição da célula a cristalização da água. O congelamento muito rápido reduz a qualidade da levedura na massa, impactando em redução de produção de gás pelo menor número de células viáveis. O maior tempo de armazenamento das massas congeladas também tendem a diminuir a qualidade das leveduras, impactando na característica final dos pães. Após o ultracongelamento, as massas devem ser armazenadas a -18°C , evitando variações de temperatura e longos períodos, pois isso afeta a ação das leveduras e o volume final dos pães.[21]

Figura 8 – Ultracongelador.



Fonte: Corbion Produtos Renováveis LTDA.

A etapa de (III) fermentação permite que a massa cresça, além de contribuir para evidenciar o aroma e o sabor. Apesar da fermentação já iniciar lentamente durante a mistura, esse processo se intensifica durante o descanso da massa em armários ou câmaras de fermentação com temperatura e umidade controladas, Figura 9. Durante esse processo, ocorre a perda de umidade da massa, pois a atividade enzimática do fermento libera calor. As temperaturas mais usuais estão entre 30°C e 32°C e a umidade relativa (UR) por volta de 80% para não ressecar a massa. [18] [20] Em massas congeladas, o descongelamento reidrata as leveduras permitindo o processo de fermentação.[13]

Durante a etapa de fermentação, os açúcares na massa são consumidos pelas leveduras, iniciando pelos monossacarídeos, como a glicose e frutose e posteriormente os dissacarídeos, maltose e sacarose, através da enzima maltase, com a hidrólise dentro da célula da levedura e a enzima invertase, com a hidrólise fora da célula da levedura, consecutivamente. As leveduras atuam simultaneamente, promovendo a fermentação alcoólica que libera CO₂ e contribui para aroma e sabor e a fermentação láctica, realizada por bactérias que convertem a glicose em ácido láctico. [18] [20]

Figura 9– Pães após fermentação em câmara



Fonte: Corbion Produtos Renováveis LTDA.

Nota: pães fermentados e no momento do corte da pestana.

A etapa final é o (IV) forneamento, onde ocorre o cozimento da massa, formação da crosta e cor do pão. Antes da entrada no forno, Figura 10, a massa fermentada recebe um corte na superfície que irá formar a pestana, em seguida ao ser introduzida no forno, sobre a massa ocorre uma injeção de vapor d'água com pouca pressão, favorecendo a formação das pestanas e aspecto da crosta e cor. [18] [20]

Figura 10 – Forno turbo.



Fonte: Corbion Produtos Renováveis LTDA.

O tempo de forneamento pode durar até 20 minutos, considerando uma temperatura de 200°C a 220°C, ou seja, tempo e temperatura necessários para que ocorra a evaporação da água na massa, aumento de volume pela liberação do gás carbônico e inativação da levedura ao atingir 60°C. Na sequência, já com seu volume definido, a parte externa do pão resseca formando a casca e coloração característica, conforme Figura 11. [18] [20]

Figura 11 – Pães após assamento.



Fonte: Corbion Produtos Renováveis LTDA.

3.1.2 Controle de Qualidade do pão francês

Conforme descrito na NBR 16170 (Norma Brasileira), o controle de qualidade do pão francês pode ser realizado por meio de uma escala de pontuação para atributos relacionados a parte externa e interna do alimento, bem como características sensoriais. [18]

Na parte externa do produto, avaliam-se os atributos relativos à (I) aparência, integridade e simetria; (II) crosta, com o aspecto de cor, crocância, quebra da casca e pestana. E na parte interna, as características de cor, textura, estrutura de células do miolo e aspecto interno da crosta. Ao que se refere a parâmetros sensoriais, o aroma, sabor e resiliência devem ser considerados, sendo a pontuação máxima dos critérios por atributo de 130 pontos, conforme estabelecido pela ABNT NBR 16170 (Associação Brasileira de Normas Técnicas). [18] A Figura 12 mostra um exemplo de formulário para coleta da pontuação dos atributos avaliados.






Figura 12 – Formulário da ABNT NBR 16170.

AVALIAÇÃO DO PÃO TIPO FRANCÊS									
AMOSTRA N °		DATA DA COLETA/ AVALIAÇÃO:			HORÁRIO DA COLETA/ AVALIAÇÃO:				
Pão sem falta		PONTUAÇÃO							
		0	2 pt	4 pt	6 pt	8 pt	10 pt		
Características externas	Crosta	Cor da crosta							
		Pestana							
		Crocância							
		Aspecto							
Características externas	Aparência	Integridade							
		Simetria							
Características internas	Crosta	Aspecto da crosta							
		Cor							
	Miolo	Textura							
		Estrutura de células							
Características sensoriais	Aroma								
	Sabor								
	Resiliência (o pão deforma?)							Pontos obtidos	Pontuação máxima
TOTAL		Pontos						Pontos	Pontos
		%						%	100%

Fonte: ABNT NBR 16170.

A norma também cita outros atributos para avaliação da qualidade do pão francês, sendo o formato ideal arredondado, com tamanho aproximado de 14 cm de comprimento e 7 cm de largura. A espessura da crosta entre 0,3 e 0,5 mm e abertura da pestana entre 20 e 50 mm. A coloração da crosta amarelo-dourada, com quebras na superfície do pão ligeiramente lisas e espelhadas e com pestana evidente. Miolo branco e sem a presença de buracos. A norma direciona alguns exemplos de pães com defeitos e sem falta para auxiliar na avaliação e definição da pontuação, Figura 13. [18]

Figura 13 – Exemplo de pães segundo ABNT NBR 16170

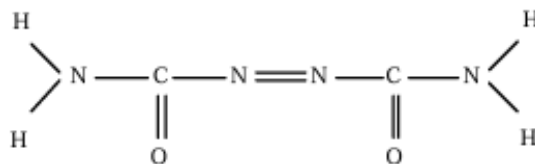
Atributos	Exemplo de pães com defeitos	Pão sem falta
Cor da crosta		
Pestana		
Crocância		
Miolo		

Fonte: ABNT NBR 16170.

3.2 ADA

O ADA, é um reagente químico sintético que se apresenta como um sólido cristalino de cor amarelo-laranja quando em temperatura ambiente. Ele possui baixa solubilidade em água na temperatura de 20°C, mas é solúvel em água quente. A Figura 14 mostra a estrutura molecular do ADA. [10]

Figura 14 – Estrutura molecular do Azodicarbonamida (ADA)



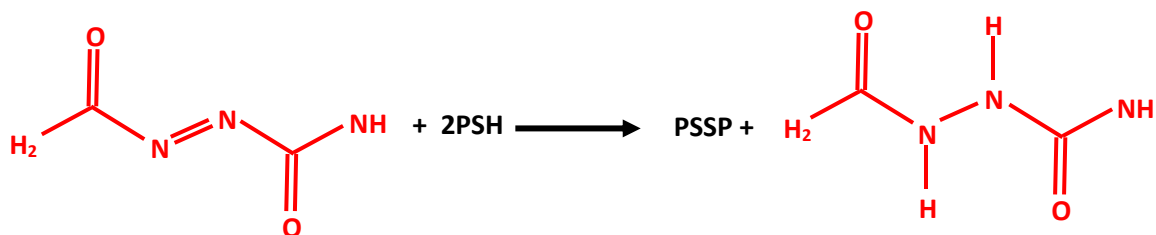
Fonte: CARY; BALL, 1999.[10]

A fabricação do ADA ocorre pela reação de sulfato de dihidrazina e ureia submetidos a altas pressão e temperatura. O produto resultante é oxidado, levando a formação de clorato de sódio que quando centrifugado, produz uma pasta com Azodicarbonamida. A pasta é purificada e seca para obter o ADA na forma de um pó, onde após etapa de moagem resulta em um produto fino com granulometria menor que 10 µm. As concentrações do ADA podem variar conforme a necessidade das aplicações do produto. [10] [22]

Na indústria de forma geral, o ADA é utilizado principalmente como agente de expansão para borrachas e plásticos. A sua decomposição, ocorre em temperaturas de aproximadamente 190°C a 230°C ou em mais baixas após a adição de sais e óxidos metálicos. No processo de decomposição ocorre a produção de gases como o nitrogênio, monóxido e dióxido de carbono e amônia, além da formação de resíduos sólidos e substâncias sublimadas. [10]

Na indústria de panificação, o ADA é aplicado na farinha de trigo, exercendo a função de maturador, a partir da oxidação dos resíduos de cisteína (compostos contendo SH), provindas de componentes proteicos na farinha, e transformando em ligações dissulfeto. A ação do ADA ocorre quando a farinha é hidratada para a formação da massa, desse modo permitindo a redução do ADA em biureia, Figura 15. A biureia é resistente a temperatura e hidrólise, sendo assim, pode ser encontrada no pão mesmo após os processos de fermentação e/ou assamento. [10] [23]

Figura 15 – Mecanismo de ação do ADA nas proteínas.



Fonte: ZHAO; LUO et. al, 2020. [23]

Nota: Letra P indicando os grupos SH livres e redução em biureia.

A exposição prolongada de humanos ao ADA na forma de pó, pode causar sensibilidade na pele e sintomas respiratórios, como asma. Entretanto, ainda não há estudos que avaliem potenciais efeitos genotóxicos, carcinogênicos e reprodutivos de humanos expostos ao ADA. [10] Outros estudos envolvendo ratos alimentados com pães fabricados a partir de farinhas tratadas com ADA, concluíram como suficientes as evidências farmacológicas e toxicológicas, observadas durante acompanhamento de 2 anos, para a segurança da aplicação do ADA na farinha de trigo. [24] Por outro lado, estudos associam a contribuição do ADA a níveis de carbamato de etila no pão e na cerveja. [10] Encontrado em alimentos fermentados, tais como o pão, cerveja, vinho e iogurte, o carbamato de etila, também conhecido como uretano, é considerado

um contaminante químico genotóxico, ou seja, com potencial carcinógeno humano. A formação de carbamato de etila em pães ocorre por meio da reação de subprodutos da fermentação com etanol e ureia, catalisada pelo calor. Devido o ADA se reduzir a biureia, sugere-se uma possibilidade de interação com o etanol e impacto nos níveis de carbonato de etila nos pães. Os níveis e aumento de carbamato de etila em pães estão atrelados a fatores, tais como quantidade e tipo de fermento, seco ou fresco, e o tempo de fermentação. O fermento seco e o maior tempo de fermentação, propiciaram o aumento da formação de carbamato de etila nos pães. [25] Atualmente a instrução normativa nº 13 de 29 de junho de 2005 do Ministério da Agricultura e Pecuária (MAPA) considera o carbamato de etila um contaminante na cachaça, sendo seu controle através da limitação em no máximo 150µg/l no produto. [26]

Em meio as controvérsias sobre o ADA, no Brasil sabe-se que conforme Anexo III da instrução normativa N° 211, de 1° de março de 2023, o seu emprego como melhorador de farinha de trigo é liberado pela Anvisa, respeitando o limite máximo de 40 mg/kg no produto. [3]

Nos Estados Unidos da América (EUA) a agência federal responsável pelo departamento de Saúde e serviços Humanos é a FDA (*Food and Drug Administration*). [27] Conforme CFR (*Code of Federal Regularization*), local de consulta de documentos oficializados do governo federal dos EUA, o uso do ADA, com função de maturador e branqueador de farinha ou condicionador de massa em produtos de panificação, possui o limite máximo de 45 mg/kg de farinha. [28] [29]

Em contrapartida as aplicações do ADA no Brasil e EUA, na União Europeia, o ADA é considerado um aditivo liberado para uso na fabricação de materiais orgânicos que estão em contato com água para consumo humano. [30] No entanto, não consta na lista de aditivos alimentares do Regulamento (UE) N° 1129/2011 da Comissão, de 11 de novembro de 2011 da União Europeia [31], além de ter seu uso proibido como agente de expansão de plásticos destinados a contato direto com alimentos desde 2005, sendo atualmente regido através do Regulamento (UE) N° 10/2011 da Comissão, atualizado em 14 janeiro de 2011 e vigente até os dias atuais. Conforme diretiva da comissão da comunidade Europeia, o ADA se decompõe por aquecimento em semicarbazina (SEM) quando utilizado como agente de expansão na produção de juntas de plástico para tampas de metal, utilizadas para fechar recipientes de vidro. Em 2003, foram encontrados níveis de até 25 µg/kg de SEM em alimentos para recém-nascidos, armazenados em recipientes de vidro selados. A SEM, em animais de

laboratório apresenta atividades carcinogênicas e genotoxicidade baixas, no entanto, devido à falta de estudos em humanos para atestar a segurança alimentar, recomendou-se a redução da exposição à SEM e proibição do ADA. [32] [33] [34]

3.3 QUIMIOMETRIA

A Quimiometria pode ser definida como a área da química que emprega conhecimentos de matemática e estatística, com a finalidade de selecionar o melhor procedimento e experimento, extraindo o máximo de informações relevantes de um estudo. [35] O emprego da Quimiometria está intimamente relacionado com a ciência de dados e diversas técnicas sistemáticas de planejamento de experimentos podem ser empregadas. A aplicação de tais técnicas é amplamente difundida na literatura e a análise de alimentos se beneficia de maneira considerável, possibilitando alcançar o sucesso e os objetivos desejados em um projeto. A otimização de processos, diminuição de custos e tempo operacional, aumento de rendimento, produtividade e da qualidade dos produtos são alguns exemplos que levam pesquisadores a aplicarem o planejamento experimental. [36] [37] A falta de planejamento na realização de experimentos pode levar ao insucesso do projeto, a erros e dificuldades na interpretação dos resultados obtidos, por isso, estabelecer um planejamento adequado e baseado em métodos estatísticos é uma alternativa bastante segura para definir um número de ensaios, possíveis repetições e ter confiança na qualidade das informações obtidas. [37]

Nessa dissertação o planejamento de experimentos Plackett e Burman foi empregado como ferramenta para triagem de variáveis e posteriormente o *Central Composite design* (CCD) para identificar e determinar o nível ideal para cada uma das variáveis triadas e como elas contribuem para a qualidade do pão francês.

3.3.1 Plackett e Burman

A matriz de Hadamard, caracterizada pela utilização de variáveis nos níveis +1 e -1, apresenta diferentes métodos de construção, no entanto, o método proposto por Plackett & Burman na metade do século XX se destaca pela sua aplicabilidade estatística e citação em literaturas de matemática e delineamento experimental. O planejamento saturado do tipo Plackett e Burman (PB) considera n (fatores)

combinações de ensaios observados apenas uma vez cada, dessa forma estimando n-1 contrastes fatoriais mais uma média. [38] Esse tipo de planejamento é considerado um delineamento de seleção de fatores, ou seja, uma etapa importante para o então delineamento final. [37]

Na construção de um planejamento PB uma matriz ortogonal inteira é obtida a partir do gerador, indicado na Tabela 1, conforme o valor de n (fatores). O número de experimentos (nunca é inferior a 8) é indicado por NR, devendo este ser múltiplo de 4 e maior que n. [39]

TABELA 1: Gerador Plackett e Burman

n (Fatores)	NR (nº de experimentos)	Gerador para a primeira coluna
4-7	8	+ + + - + - -
8-11	12	+ + - + + + - - - + -
12-15	16	+ + + + - + - + + - - - -
16-19	20	+ + - - + + + + - + - - - - + + -
20-23	24	+ + + + + - + - + + - - + + - - + - - - -
32-35	36	- + - + + + - - - + + + + - + + + - - + - - - - + - + - + + - - + -

Fonte: REKAB, Kamel; SHAIKH, Muzaffar, 2014.[39]

Os seguintes passos demonstram as etapas de construção do plano experimental, indicado na Tabela 2. [38] [39] A Tabela 2 mostra um exemplo para 16 experimentos (PB16), onde podem ser estudados até 15 fatores ou variáveis (A até O).

TABELA 2: Plackett e Burman design para PB16

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M	N	O
1	1	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	1	-1	1	1	1
2	1	1	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	1	-1	1	1
3	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	1	-1	1
4	1	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	1	-1
5	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	1
6	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1
7	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	1
8	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1	-1	1
9	1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1	-1
10	-1	1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1
11	-1	-1	1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	1
12	1	-1	-1	1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1
13	-1	1	-1	-1	1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1
14	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1
15	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	1	-1	1	1	1	1
16	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1

Fonte: REKAB, Kamel; SHAIKH, Muzaffar, 2014. [39]

Passo 1: Insira o gerador da matriz na coluna A, de acordo com o n previamente definido (consulte Tabela 1). A Tabela 2 demonstra uma matriz de n=15 (A até O), gerando 16 experimentos (NR).

Passo 2: Adicione a última linha da matriz o -1 (indicado em vermelho na Tabela 2) para que cada fator apareça n/2 vezes em seu nível alto e n/2 vezes em seu nível baixo.

Passo 3: Construa a coluna B da Tabela 2 inserindo na primeira linha o valor indicado no experimento 15 da coluna A. O restante das linhas deverá ser preenchido com os valores do gerador, indicados nas linhas de 1 a 14 da coluna A.

Passo 4: Repita o passo 3, considerando agora iniciar a coluna C com os valores indicados no experimento 14 e 15 da coluna A e completando com os valores indicados de 1 a 13 na coluna A. Esse procedimento deverá ser seguido até que a matriz esteja completa, sempre considerando incluir mais um valor, derivado da coluna A, em cada nova coluna da matriz.

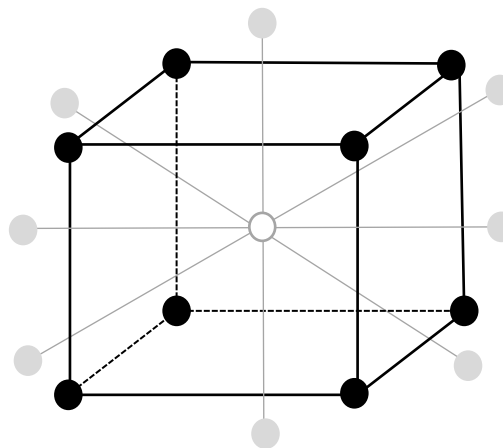
Nos planejamentos PB recomenda-se pelo menos 3 ensaios no ponto central e antes que o design seja utilizado, ordenar de forma aleatória os experimentos. [37]

3.3.2 Central Composite Design (CCD)

O delineamento composto central ou *Central Composite design* (CCD) foi proposto por Box e Wilson em 1951 como alternativa ao delineamento fatorial completo. [40] O CCD consiste em pontos fatoriais, representados pelos níveis -1 e +1, pontos axiais ou estrela, representados por $-\alpha$ e $+\alpha$ e pontos centrais, representado pelo nível 0. Os pontos fatoriais apresentam importante papel em estimar os efeitos principais, de interação linear e quadráticos. Os pontos axiais ou estrela indicam o grau de rotatibilidade do design, sendo a escolha da distância axial α de acordo com a região de interesse a ser estudada. Os pontos centrais geram termos quadráticos do modelo e analisa o efeito de interação quadrática entre os fatores.[38] [41]

Entre os diferentes tipos de CCD, existe o delineamento composto central rotacional ou *Rotatable Central Composite design* (RCCD), Figura 16, que pode apresentar pontos axiais localizados a uma distância do centro se estendendo além das faces do cubo fatorial, permitindo uma previsão de variância constante em todos os pontos paralelos ao centro. [42]

Figura 16 – Rotatable Central Composite design



Fonte: elaborada pela autora.

A quantidade de variáveis independentes direciona o número de planejamentos experimentais fatoriais requeridos, ou seja, considerando uma condição composta por 4 variáveis, o RCCD é uma escolha coerente para se chegar a uma condição otimizada. Um RCCD para 4 variáveis é um 2^4 , composto por 16 experimentos nos

pontos fatoriais, 8 experimentos nos pontos axiais mais o ponto central, conforme indicado na Tabela 3. [37]

TABELA 3: Rotatable Central Composite design

Descrição	Experimento	X1	X2	X3	X4
Pontos Fatoriais	1	-1	-1	-1	-1
	2	+1	-1	-1	-1
	3	-1	+1	-1	-1
	4	+1	+1	-1	-1
	5	-1	-1	+1	-1
	6	+1	-1	+1	-1
	7	-1	+1	+1	-1
	8	+1	+1	+1	-1
	9	-1	-1	-1	+1
	10	+1	-1	-1	+1
	11	-1	+1	-1	+1
	12	+1	+1	-1	+1
	13	-1	-1	+1	+1
	14	+1	-1	+1	+1
	15	-1	+1	+1	+1
	16	+1	+1	+1	+1
Pontos axiais	17	-2	0	0	0
	18	+2	0	0	0
	19	0	-2	0	0
	20	0	+2	0	0
	21	0	0	-2	0
	22	0	0	+2	0
	23	0	0	0	-2
	24	0	0	0	+2
Ponto central	25	0	0	0	0

Fonte: elaborada pela autora.

3.4 ANÁLISE SENSORIAL

A análise sensorial é uma importante área da Ciência e Tecnologia de Alimentos que mede, analisa e interpreta estímulos físicos sentidos pelo corpo humano percebidos através dos órgãos responsáveis pelos cinco sentidos, visão, olfato, audição, tato e paladar. [43] [44]

Utilizada a muitos anos pela indústria de alimentos, a análise sensorial apresenta grande importância no entendimento das características de um alimento e as razões de aceitabilidade pelos consumidores. A análise sensorial possibilita uma melhor compreensão dos efeitos positivos ou negativos de um determinado ingrediente, tipo de armazenamento e mudanças de formulação.[45]

Os testes aplicados na análise sensorial podem ser classificados em discriminativos, descritivos e afetivos. [44] Os discriminativos, têm como objetivo indicar se existe diferença ou não entre as amostras analisadas, como é o caso do método tetraédrico onde quatro amostras, sendo duas de cada grupo, são apresentadas ao degustador. O objetivo é verificar se o degustador é capaz de agrupar as amostras de forma correta. [44] [46] O agrupamento das amostras de forma incorreta mostra que os degustadores foram ineficazes em observar diferenças nas formulações dos grupos. Os testes descritivos são conhecidos pela análise descritiva quantitativa (ADQ) que utiliza de degustadores treinados para descrever e ranquear os produtos analisados. E os métodos afetivos permitem avaliar a preferência e aceitabilidade individual do consumidor sobre determinado produto ou alimento, conforme ocorre no método afetivo quantitativo que traduz através de dados numéricos e estatísticos a aceitação dos consumidores pelas amostras degustadas.[37] [46]

Os testes tetraédrico e afetivo quantitativo foram aplicados nessa dissertação, com objetivo de entender se a substituição do ADA seria sensorialmente percebida pelos consumidores de pão francês.

4. PROCEDIMENTOS E MATERIAIS

Os ensaios para o desenvolvimento do projeto de pesquisa foram realizados nas instalações do laboratório de aplicação e planta piloto da empresa Corbion Produtos Renováveis Ltda, localizado na cidade de Araucária – PR. A Corbion, possui laboratórios com uma infraestrutura completa no que tange as análises de farinha de trigo e panificação, assim como uma grande variedade de equipamentos analíticos, que oferecem dados confiáveis, rastreáveis e condições ideais para obtenção de resultados precisos.

As etapas de triagem, pós triagem e sensorial foram subdivididas em fases de I a IV, conforme mostra a Tabela 4.

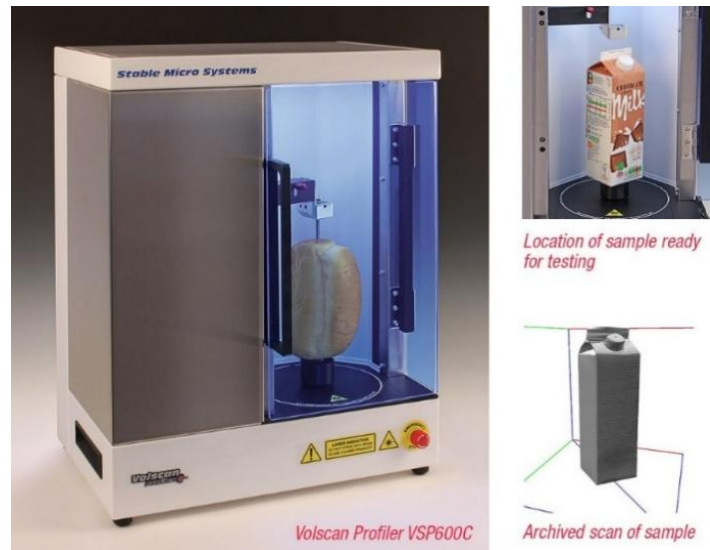
TABELA 4: Etapas dos ensaios

Etapas	Descrição
Triagem (Plackett Burman)	Fase I: (i) enzimas de oxidação e emulsão (EOE)
	Fase II: (ii) enzimas de sinergia (ES), (iii) naturais (N) e (iv) outros (O).
Pós Triagem (DoE e CCD)	Fase III: avaliação dos produtos selecionados na triagem.
Sensorial	Fase IV: análise sensorial.

Fonte: elaborado pela autora.

Como afirmado anteriormente, a identificação completa dos ingredientes testados não será revelada nesta dissertação para preservar a confidencialidade dos resultados gerados. As medições dos pães produzidos em cada uma das etapas foram realizadas no medidor de volume, Figura 7, chamado de Volscan, que realiza uma digitalização tridimensional do produto de maneira rápida e precisa, gerando dados de volume, peso, volume específico, densidade, dimensões do produto, além de imagens em 2D e 3D. [47]

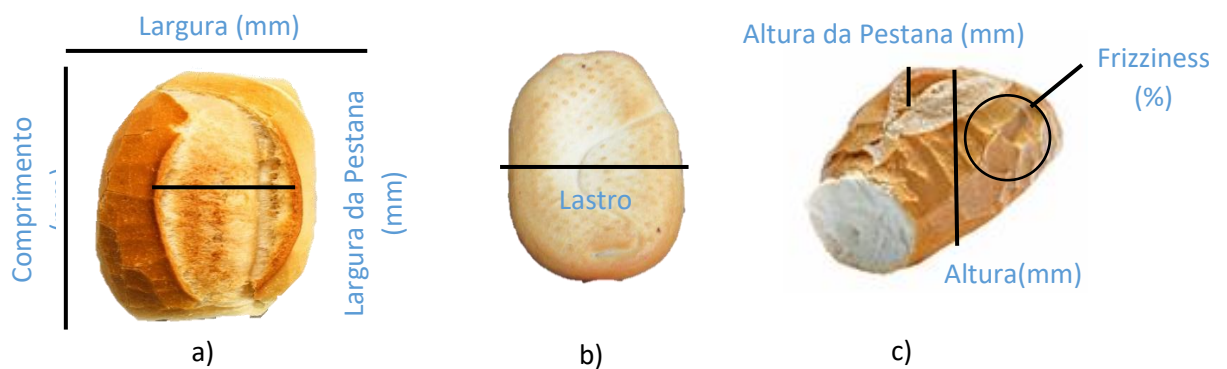
Figura 17 – Medidor de volume para os pães produzidos.



Fonte: Extralab

Conforme manual do equipamento Volscan, as medições e definições de cada parâmetro estão descritas na Tabela 5 e ilustradas nas Figuras 18 e 19.[48]

Figura 18 – Descrição de alguns parâmetros avaliados e descritos na Tabela 5



Fonte: elaborado pela autora.

Nota: a) comprimento, largura e largura da pestana, b) lastro, c) altura da Pestana, altura e Frizziness.

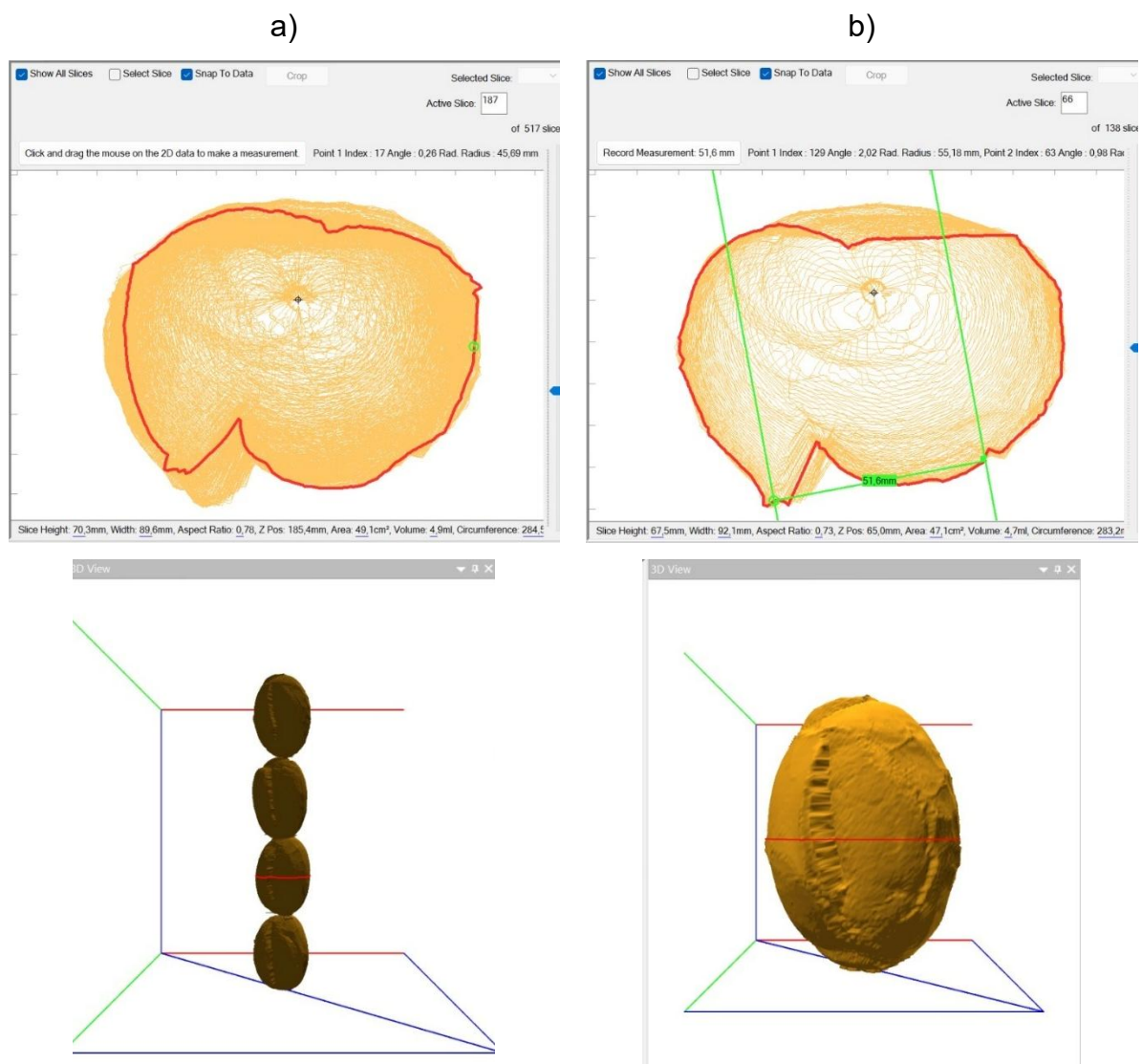
TABELA 5: Parâmetros e definições medidos nos pães

Parâmetro	Volume (ml)	Peso (g)	Volume específico (ml/g)	Densidade (kg/m ³)	Comprimento (mm)
Definição	O volume total em mililitros (ml) medido pelo scanner em 3D.	Massa em gramas (g) medido pela balança do equipamento.	A razão do volume em ml pelo peso do produto em gramas (g).	A razão entre o peso do produto em quilogramas (kg) pelo volume do produto em metros cúbicos (m ³).	Comprimento vertical total medido pelo scanner em milímetros (mm). No equipamento o pão é posicionado de maneira vertical para a medição, Figura 18a.
Nível desejado	Alto (R1)	De 52 a 58g (R2)	Alto (R3)	Baixo (R4)	Alto (R5)
Parâmetro	Altura (mm)	Largura (mm)	Altura na largura máxima (mm)	Máxima circunferência (mm)	Frizziness (%)
Definição	Máxima altura em mm medida pelo scanner, Figura 18c.	Máxima largura em mm medida pelo scanner, Figura 18a.	Medida da altura na máxima largura em mm, uma vez que a altura máxima pode não ser exatamente na largura máxima.	Perímetro máximo em mm, considerando uma distância linear, de uma fatia medida pelo scanner.	Medida da porcentagem de irregularidades em relação ao formato da varredura geral. A maior irregularidade do contorno se correlaciona com o maior craquelado (casca quebrada/arrepiada) na crosta dos pães, Figura 18c.
Nível desejado	Alto (R6)	Alto (R7)	Alto (R8)	Alto (R9)	Alto (R10)
Parâmetro	Largura da pestana (mm)	Altura da pestana (mm)	Lastro (mm)		
Definição	Medida manual em mm, realizada na posição indicada no pão das Figuras 18a e 19, através do software do equipamento, Figura 19.	Medida manual em mm, realizada na posição indicada no pão das Figuras 18c, através do software do equipamento, Figura 19.	Medida manual em mm, realizada na posição indicada no pão das Figuras 18b e 19, através do software do equipamento, Figura 19.		
Nível desejado	Alto (R11)	Alto (R12)	Baixo (R13)		

Fonte: elaborado pela autora.

A Figura 19, a) mostra um exemplo das imagens geradas pelo software do equipamento Volscan após medição de 4 amostras de pães. Na figura 19, b) um corte da imagem que permitiu as medições individuais para cada um dos pães avaliados.[48]

Figura 19 – Imagem em 2D e 3D geradas pelo software do equipamento Volscan.



Fonte: elaborado pela autora.

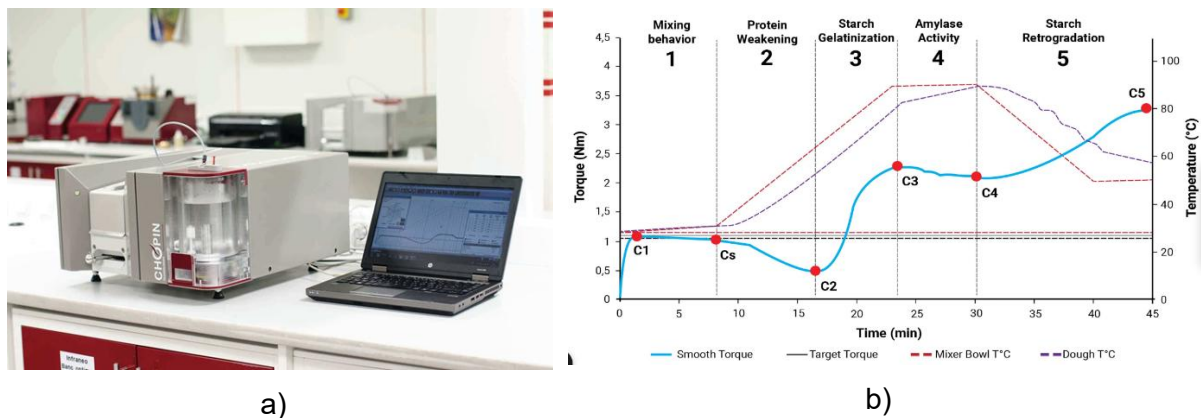
Nota: a) Após medição de 4 pães, b) após corte da imagem para medições manuais.

A avaliação reológica da ação do ADA e dos produtos pós triagem, em seu melhor nível, foi conduzida nos equipamentos Mixolab (Figura 20a), Alveógrafo

(Figura 21a) e Reofermentômetro (Figura 22a). Os produtos e o ADA foram aplicados na farinha de trigo, assim permitindo a avaliação do impacto deles na massa gerada durante a execução de cada uma das análises.

No Mixolab são avaliadas as características reológicas da massa e dos componentes da farinha de trigo, submetida a hidratação e variação de temperatura. O gráfico chamado de Standard, Figura 20b, indica as etapas da análise e as constantes C1 e Cs, C2, C3, C4 e C5, consecutivamente responsáveis pela avaliação da mistura, resistência do glúten ao aquecimento, gelatinização, atividade amilolítica e retrogradação do amido. [49] [58]

Figura 20 – Mixolab para análise reológica da massa.



a)

b)

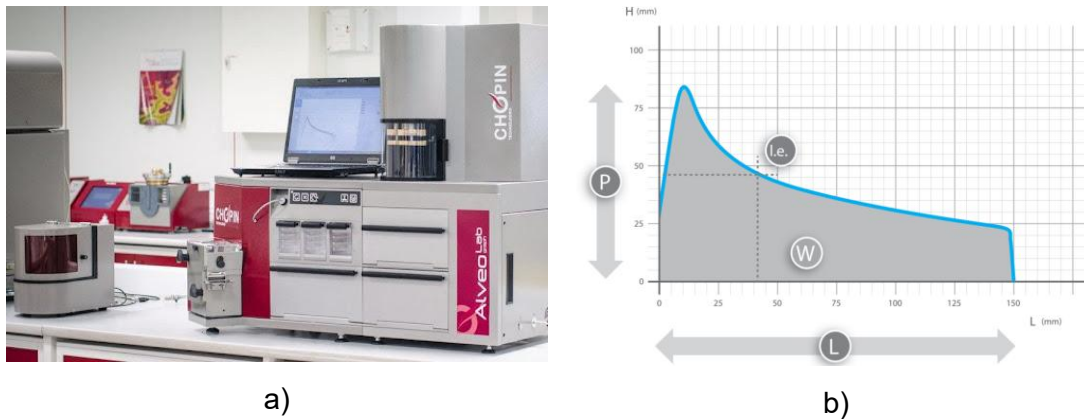
Fonte: KPM Analytics (Chopin)

Nota: a) equipamento Mixolab, b) Gráfico Standard.

O equipamento Alveógrafo realiza a análise de Alveografia como controle de qualidade da farinha de trigo, analisando as propriedades de tenacidade e extensibilidade da massa. O preparo da massa durante a análise utiliza de 250g de farinha de trigo e uma solução salina com 2,5% de cloreto de sódio (NaCl).

A Figura 21b é referente ao gráfico da análise de Alveografia, que indica P como a elasticidade da massa, L a extensibilidade, W a força e I.e. como o índice de elasticidade. [50] [59]

Figura 21 –Alveógrafo para caracterização reológica da massa.



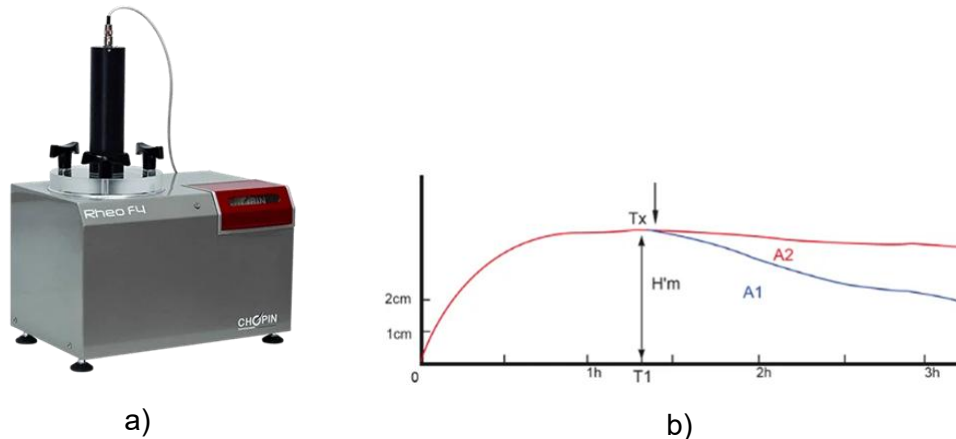
Nota: a) equipamento Alveógrafo modelo Alveolab, b) Gráfico de Alveografia.

Fonte: KPM Analytics (Chopin)

O Reofermentômetro, também chamado de Rheo F4, realiza a análise de Reofermentografia que avalia a capacidade fermentativa de uma massa e ou fermento biológico em uma condição padrão, Figura 22a. Uma massa contendo farinha de trigo, água, cloreto de sódio (NaCl) e fermento biológico seco é preparada na masseira do equipamento Alveógrafo conforme metodologia AACC 89-01.01. Posteriormente uma porção de 315g do preparado é transferida para o equipamento Rheo F4 onde ficará durante 3h a 28,5°C com 2kg de peso sobre a massa.

A Figura 22b é o gráfico de desenvolvimento gasoso, sendo a área indicada como A1 referente ao gás retido na massa, enquanto a área A2 é referente ao gás despreendido durante a fermentação. A soma das áreas (A1+A2) resulta no volume total de gás produzido e a razão do volume retido pelo total multiplicado por 100 é a capacidade de retenção de gás. [51] [52]

Figura 22 – Rheo F4 – Reofermentômetro.



Fonte: KPM Analytics (Chopin)

Nota: a) equipamento Rheo F4, b) Gráfico de desenvolvimento gasoso.

A organização dos dados obtidos, bem como os cálculos para obtenção de modelos foram realizados com o emprego dos programas computacionais Microsoft Excel® e Octave (versão 8.4.0 ou superior). As rotinas computacionais são aquelas disponíveis nos tutoriais publicados pelo Grupo de Análise Instrumental Aplicada (GAIA). [53-56]

4.1 TRIAGEM

A etapa Triagem foi subdividida em fases I e II para a seleção dos produtos candidatos a substituição do ADA, através do planejamento saturado do tipo Plackett-Burman com a matriz ortogonal com 20 experimentos, sendo possível estudar até 19 variáveis. Além dos 20 experimentos, foram testadas mais 3 réplicas no ponto central, representados pelos experimentos 21 ao 23, conforme Tabela 6. Além disso, foi realizado um experimento referência, com 40mg/kg de ADA e denominado experimento 24.

A fase I foi composta por 10 variáveis, ou seja, 9 enzimas de oxidação e emulsão (EOE) e o ADA. A fase II contou com 11 variáveis, sendo 5 EOE triadas na fase I, uma enzima de sinergia (ES), três produtos denominados de naturais (N), um denominado outros (O) e o ADA. A variação estudada para cada variável foi de 0 a 50 mg/kg de ADA, 5 a 20 mg/kg das EOE, 5 a 10 mg/kg das ES e 150 a 600mg/kg dos N e O. A escolha dos níveis de concentração foi definida a partir da concentração dos produtos, atividade enzimática e custo.

TABELA 6 – Matriz Plackett Burman (PB20) da triagem, fase I.

Exp.	ADA	EOE1	EOE2	EOE3	EOE4	EOE5	EOE6	EOE7	EOE8	EOE9	D1	D2	D3	D4	D5	D6	D7	D8	D9
	v1	v2	v3	v4	v5	v6	v7	v8	v9	v10	v11	v12	v13	v14	v15	v16	v17	v18	v19
1	1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	1
2	1	1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1
3	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1
4	-1	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	1	1	1
5	1	-1	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	1	1
6	1	1	-1	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	1
7	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	1	-1	1
8	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	1	-1
9	-1	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	1
10	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1
11	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1
12	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	-1	-1
13	-1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	-1
14	-1	-1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1
15	-1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	1	1	-1
16	-1	-1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	1	1
17	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	1
18	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	1	1	-1
19	-1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	1	1
20	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1
21	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
22	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
23	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
24	1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Fonte: elaborado pela autora.

A receita, o tempo de fermentação de 2h e 3h e grande parte do processo, foi possível padronizar para todos os experimentos na triagem. No entanto, os ajustes de absorção de água e batimento da massa fizeram-se necessários em alguns experimentos onde o candidato a substituição do ADA trazia algum impacto. Devido a grande quantidade de candidatos na fase da triagem, optou-se por uma condição de tempo de fermentação mais curta, assim otimizando o tempo e recursos para produção dos pães.

Na Tabela 7 é possível visualizar os percentuais dos ingredientes na receita aplicada na fase da triagem. Importante mencionar que a quantidade dos ingredientes é com base na quantidade de farinha de trigo utilizada, também chamado de percentual base farinha (%BF), por esse motivo ela representa 100%. Todos os demais ingredientes levaram em consideração o %BF para então serem calculados, por exemplo, para 1,5kg de farinha de trigo (100%), 18g de fermento seco (1,2%), 27g de sal (1,8%) e 3g de melhorador 1 (0,2%) foram utilizados. Na receita, o melhorador 1 representa aditivos comuns na produção de pão francês, geralmente incorporados à farinha pelos moinhos como forma de correção. Os melhoradores geralmente são compostos por oxidantes, emulsificantes e enzimas, no entanto é importante citar que o utilizado nos experimentos não continha o ADA nem mesmo nenhum dos candidatos a substituição do ADA aqui estudados.

TABELA 7 – Receita e processo de triagem.

Ingredientes	%BF
Farinha de Trigo	100%
Fermento biológico seco	1,2%
Sal	1,8%
Melhorador 1	0,2% (percentual para curta fermentação)
Candidatos a substituição do ADA	De acordo com a variação estudada para cada variável.
Processo	
Absorção	56 a 60%
Batimento da massa	3min. velocidade lenta e 7 a 10min. na velocidade rápida.
Fermentação em câmara	2h e 3h (32-35°C e 85% UR)
Forno	Turbo (15min./180°C)

Fonte: elaborado pela autora.

4.3 PÓS TRIAGEM

A etapa pós triagem, fase III, permitiu o estudo da interação dos produtos selecionados nas etapas anteriores, através de um planejamento fatorial CCD, conforme indicado na Tabela 8. Ao todo 25 experimentos foram realizados mais a referência com ADA, denominado experimento 26. A etapa pós triagem foi composta por 4 variáveis, sendo duas EOE e dois N. A variação estudada foi 0 a 15 mg/kg para EOE e 0 a 600mg/kg para N.

TABELA 8 – Planejamento CCD da pós triagem

Experimentos	Variáveis na escala codificada				Variáveis na escala real			
	N3	N1	EOE8	EOE1	N3	N1	EOE8	EOE1
1	-1	-1	-1	-1	150	150	3,75	3,75
2	+1	-1	-1	-1	450	150	3,75	3,75
3	-1	+1	-1	-1	150	450	3,75	3,75
4	+1	+1	-1	-1	450	450	3,75	3,75
5	-1	-1	+1	-1	150	150	11,25	3,75
6	+1	-1	+1	-1	450	150	11,25	3,75
7	-1	+1	+1	-1	150	450	11,25	3,75
8	+1	+1	+1	-1	450	450	11,25	3,75
9	-1	-1	-1	+1	150	150	3,75	11,25
10	+1	-1	-1	+1	450	150	3,75	11,25
11	-1	+1	-1	+1	150	450	3,75	11,25
12	+1	+1	-1	+1	450	450	3,75	11,25
13	-1	-1	+1	+1	150	150	11,25	11,25
14	+1	-1	+1	+1	450	150	11,25	11,25
15	-1	+1	+1	+1	150	450	11,25	11,25
16	+1	+1	+1	+1	450	450	11,25	11,25
17	-2	0	0	0	0	300	7,50	7,50
18	+2	0	0	0	600	300	7,50	7,50
19	0	-2	0	0	300	0	7,50	7,50
20	0	+2	0	0	300	600	7,50	7,50
21	0	0	-2	0	300	300	0	7,50
22	0	0	+2	0	300	300	15,00	7,50
23	0	0	0	-2	300	300	7,50	0
24	0	0	0	+2	300	300	7,50	15,00
25	0	0	0	0	300	300	7,50	7,50
26	Referência com 40 mg/kg de ADA							

Fonte: elaborado pela autora.

A receita e processos aplicados na etapa pós triagem não foi a mesma que da etapa anterior, pois havia a necessidade de submeter as variáveis triadas a uma condição de processo mais drástica e usualmente aplicada em pontos de comércio de pão francês.

Na Tabela 9 constam os percentuais dos ingredientes da receita aplicada na fase pós triagem. Assim como citado na fase anterior, utilizou-se o percentual base farinha (%BF) para calcular a quantidade dos ingredientes. Na receita, o melhorador 2 representa as aditivações comumente aplicadas pelas indústrias durante a produção de massa de pão francês congelada. A formulação do melhorador 2 não continha o ADA nem mesmo nenhum dos candidatos a substituição do ADA aqui estudados.

As massas dos pães após fabricados passaram por ultra congelamento até atingirem a temperatura interna de -18°C . A fermentação foi composta por 12h de descongelamento e resfriamento nas temperaturas de $8-10^{\circ}\text{C}$, seguido de 3h a $32-35^{\circ}\text{C}$, esse processo é também conhecido como “padeiro noturno”, onde a massa permanece em uma condição de lenta fermentação a noite e pela manhã, a temperatura mais alta acelera e finaliza a fermentação.

TABELA 9 – Receita e processo etapa pós triagem.

Ingredientes	%BF*
Farinha de Trigo	100%
Fermento biológico seco	0,8% (percentual para longa fermentação)
Sal	1,8%
Melhorador 2	0,2%
Candidatos a substituição do ADA	Conforme variação estudada
Processo	
Absorção	55%, sendo 30% em gelo escamas.
Batimento da massa	3min. na velocidade lenta e 8min. na velocidade rápida.
Congelamento da massa	Até atingir aprox. -18°C
Fermentação em câmara “padeiro noturno”	12h resfriando a $8-10^{\circ}\text{C}$ mais 3h a $32-35^{\circ}\text{C}$ Total de 15h de fermentação
Forno	Turbo (15min./ 180°C)

Fonte: elaborado pela autora.

4.2 SENSORIAL

A análise sensorial na fase IV permitiu a validação dos candidatos triados em seu nível de melhor resultado calculado. Dessa maneira, em uma formulação comercial, o ADA foi substituído pelas variáveis triadas em sua melhor concentração calculada e mais duas variações aleatórias de $\pm 20\%$ das concentrações.

Conforme mostra a Tabela 10, os pães produzidos contendo o ADA foram denominados “referência” e os sem o ADA como “Testes 1, 2 e 3”, sendo esses consecutivamente o de melhor resultado calculado dos produtos e suas variações de $\pm 20\%$. Diferentes códigos foram dados aos pães produzidos para que fossem aleatorizados e distribuídos nas bandejas durante a análise sensorial.

TABELA 10 – Identificação dos pães e códigos.

Identificação	Códigos
Referência com 40 mg/kg de ADA	642, 206, 138, 793, 437, 725
Teste 1 (Melhor resultado calculado)	963, 361
Teste 2 (Variação de $\pm 20\%$)	532, 846
Testes 3 (Variação de $\pm 20\%$)	354, 450

Fonte: elaborado pela autora.

A receita e processo aplicados na produção dos pães foram o mesmo da fase pós triagem, exceto por agora conter uma formulação comercial fechada para uma dosagem de aplicação de 0,5% BF, ou seja, nessa dosagem outros produtos compunham a formulação comercial, incluindo o equivalente a 40mg/kg de ADA, apenas no teste referência. Assim como nas formulações sem ADA, os testes 1, 2 e 3, foram elaborados conforme indicado na Tabela 11.

TABELA 11 – Receita da etapa da análise sensorial

Ingredientes	Referência	Teste 1	Teste 2	Teste 3
	% BF	% BF	% BF	% BF
Farinha de Trigo	100%	100%	100%	100%
Fermento biológico seco	0,8%	0,8%	0,8%	0,8%
Sal	1,8%	1,8%	1,8%	1,8%
Formulação comercial com ADA (Referência)	Contém: ADA: 40mg/kg			
Formulação comercial sem ADA (teste 1)		Contém: EOE1: 14 mg/kg EOE08: 8 mg/kg N1: 526 mg/kg N3: 600 mg/kg		
Formulação comercial sem ADA (teste 2)			Contém: EOE1: 15 mg/kg EOE08: 6 mg/kg N1: 533 mg/kg N3: 608 mg/kg	
Formulação comercial sem ADA (teste 3)				Contém: EOE1: 11 mg/kg EOE08: 8 mg/kg N1: 473 mg/kg N3: 709 mg/kg

Fonte: elaborado pela autora.

O ensaio sensorial chamado de tetraédrico foi aplicado para um grupo de avaliadores que receberam uma bandeja com 4 amostras de pães, conforme mostra a Figura 23. Os degustadores após provarem e avaliarem os pães foram orientados a agrupá-los em pares semelhantes e em dois diferentes grupos, denominados A e B. O acesso ao questionário de avaliação foi através da plataforma do software EyeQuestion®.

Figura 23 – Apresentação dos pães na análise sensorial.



Fonte: elaborado pela autora.

Durante a etapa de degustação, o avaliador era orientado a seguir uma ordem de avaliação de aparência, textura e sabor para então agrupar as amostras que considerasse semelhantes. Cada um dos avaliadores recebeu diferentes combinações e ordem dos pães codificados, conforme mostra a Tabela 12.

TABELA 12 – Ordem e codificação das bandejas da análise sensorial.

Degustador	Código bandeja	Codificação, identificação da receita (ver Tabela 11) e posição dos pães na bandeja			
		Posição 1	Posição 2	Posição 3	Posição 4
1	254	963 (1)	361 (1)	642 (Ref.)	206 (Ref.)
2	584	138 (Ref.)	532 (2)	793 (Ref.)	846 (2)
3	965	437 (Ref.)	725 (Ref.)	354 (3)	450 (3)
4	187	963 (1)	532 (Ref.)	361 (1)	642 (Ref.)
5	652	793 (Ref.)	532 (2)	846 (2)	138 (Ref.)
6	713	450 (3)	725 (Ref.)	437 (Ref.)	354 (3)
7	605	642 (Ref.)	963 (1)	206 (Ref.)	361 (1)
8	692	793 (Ref.)	138 (Ref.)	532 (2)	846 (2)
9	826	450 (3)	437 (Ref.)	725 (Ref.)	354 (3)
10	629	361 (1)	963 (1)	642 (Ref.)	206 (Ref.)
11	361	793 (Ref.)	846 (2)	532 (2)	138 (Ref.)
12	802	450 (3)	437 (Ref.)	354 (3)	725 (Ref.)
13	832	361 (1)	963 (1)	206 (Ref.)	642 (Ref.)
14	803	138 (Ref.)	532 (2)	846 (2)	793 (Ref.)
15	308	354 (3)	725 (Ref.)	450 (3)	437 (Ref.)
16	341	642 (Ref.)	206 (Ref.)	963 (1)	361 (1)
17	153	793 (Ref.)	846 (2)	138 (Ref.)	532 (2)
18	416	354 (3)	437 (Ref.)	725 (Ref.)	450 (3)
19	513	963 (1)	642 (Ref.)	206 (Ref.)	361 (1)
20	470	138 (Ref.)	793 (Ref.)	532 (2)	846 (2)
21	875	450 (3)	725 (Ref.)	354 (3)	437 (Ref.)
22	276	642 (Ref.)	963 (1)	361 (1)	206 (Ref.)
23	912	793 (Ref.)	532 (2)	138 (Ref.)	846 (2)
24	574	354 (3)	450 (3)	437 (Ref.)	725 (Ref.)
25	796	963 (1)	361 (1)	642 (Ref.)	206 (Ref.)
26	291	138 (Ref.)	532 (2)	793 (Ref.)	846 (2)
27	185	354 (3)	437 (Ref.)	450 (3)	725 (Ref.)
28	473	206 (Ref.)	361 (1)	963 (1)	642 (Ref.)
29	274	532 (2)	138 (Ref.)	793 (Ref.)	846 (2)
30	283	437 (Ref.)	725 (Ref.)	354 (3)	450 (3)
31	963	642 (Ref.)	963 (1)	206 (Ref.)	361 (1)
32	813	532 (2)	793 (Ref.)	138 (Ref.)	846 (2)
33	125	450 (3)	437 (Ref.)	354 (3)	725 (Ref.)
34	625	361 (1)	963 (1)	642 (Ref.)	206 (Ref.)
35	246	793 (Ref.)	846 (2)	532 (2)	138 (Ref.)
36	142	437 (Ref.)	725 (Ref.)	450 (3)	354 (3)
37	896	206 (Ref.)	361 (1)	642 (Ref.)	963 (1)
38	562	846 (2)	532 (2)	793 (Ref.)	138 (Ref.)
39	719	725 (Ref.)	354 (3)	450 (3)	437 (Ref.)

Fonte: elaborado pela autora.

Os avaliadores indicaram o grau de diferença entre as amostras agrupadas e onde foram observadas tais diferenças. E a partir do método afetivo quantitativo puderam indicar quais foram os pães preferidos e menos preferidos durante a degustação.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 TRIAGEM

Na realização dos experimentos com tempos de fermentação de 2 e 3 horas, foram medidos de 3 a 4 pães no equipamento Volscan. Desta forma, resultando em um total de 347 pães avaliados em toda etapa de triagem.

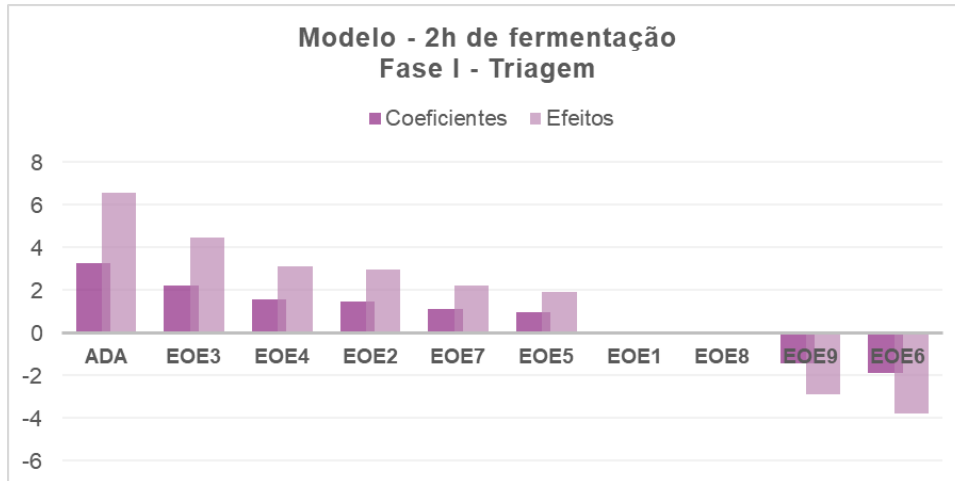
Os dados originais foram normalizados, com base na referência que continha 40 mg/kg de ADA (experimento 24, ver Tabela 6). Após essa etapa, foi calculada a média geométrica dos valores (desejabilidade global, Dg) com a finalidade de avaliar uma resposta única que representasse todas as demais. Os dados normalizados das fases I e II podem ser visualizados com mais detalhes no Apêndice, Tabelas 1A a 4A.

Os dados normalizados e a Dg foram autoescalados para cálculo da Principal Component Analysis (PCA) com as rotinas do Octave. Nas fases I e II da triagem, mais de 70% e 80% dos dados, consecutivamente, foram explicados pelas PC1, PC2 e PC3. Os gráficos com a variância explicada, scores e loadings da triagem podem ser visualizados no Apêndice, Figuras 1A a 6A.

O modelo foi calculado considerando os 23 ensaios e através da rotina do Octave [*Mod_par, Coef, pred*] = *regression2(X, y, SQEP G. L)*, dado pela matriz **X** dos experimentos e vetor *y* da Dg. Os resultados dos cálculos para cada uma das fases da triagem podem ser visualizados no apêndice, Tabela 5A.

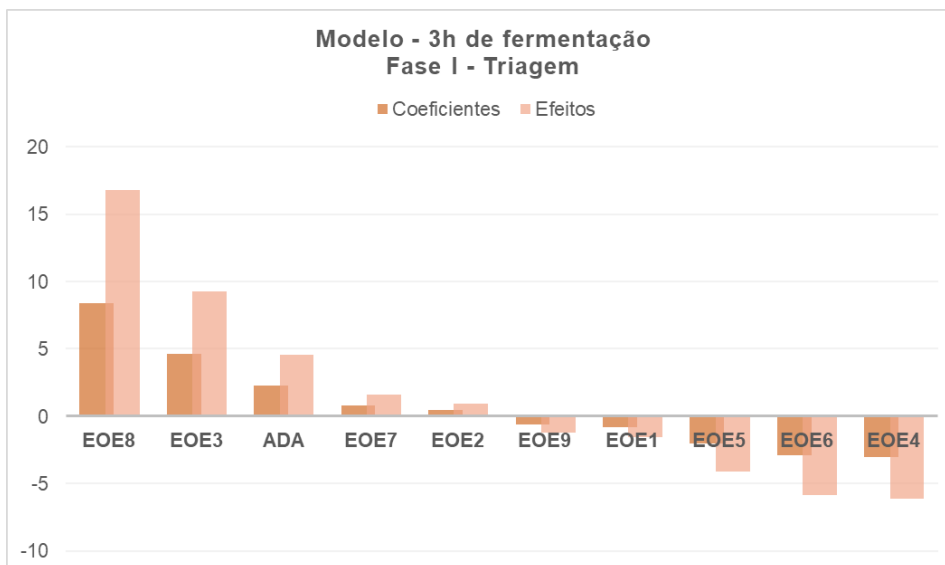
Os efeitos calculados na fase I indicaram as variáveis EOE2, EOE3, EOE4 e EOE8, como aquelas que apresentaram coeficientes e efeitos maiores ou próximos a referência ADA, no entanto, a variável EOE1, apesar de não ter apresentado o melhor efeito, foi selecionada por critérios de prioridade dos candidatos, conforme mostrado nas Figuras 24 (2h de fermentação) e 25 (3h).

Figura 24 – Coeficientes e efeitos com 2h de fermentação – Fase I.



Fonte: elaborado pela autora.

Figura 25 – Coeficientes e efeitos com 3h de fermentação – Fase I

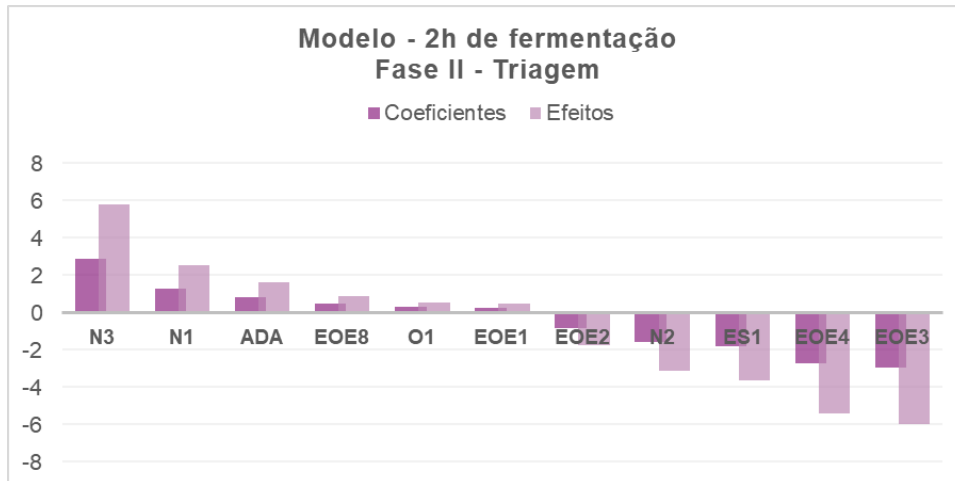


Fonte: elaborado pela autora.

Os produtos triados na fase I foram as EOE1, 2, 3, 4 e 8 e eles seguiram para a fase II onde passaram por uma triagem complementar. Na fase II duas variáveis, N1 e N3 apresentaram efeitos superiores ao ADA, seguido da variável EOE8. As outras duas variáveis, a EOE1 e O1 apresentaram resultados próximos e a partir de critérios de avaliação técnica e prioridade das enzimas entre os candidatos a substituição do ADA, a variável EOE1 foi então escolhida. As demais variáveis foram

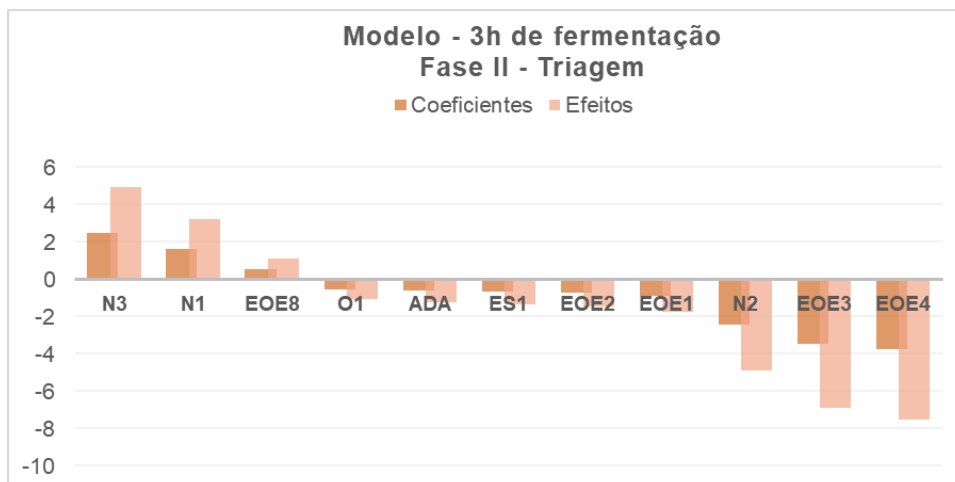
desclassificadas, uma vez que muitas apresentaram efeitos negativos e distante da referência com ADA, conforme Figuras 26 (2h) e 27 (3h).

Figura 26 – Coeficientes e efeitos com 2h de fermentação – Fase II.



Fonte: elaborado pela autora.

Figura 27 – Coeficientes e efeitos, fase II, 3h de fermentação – Fase II



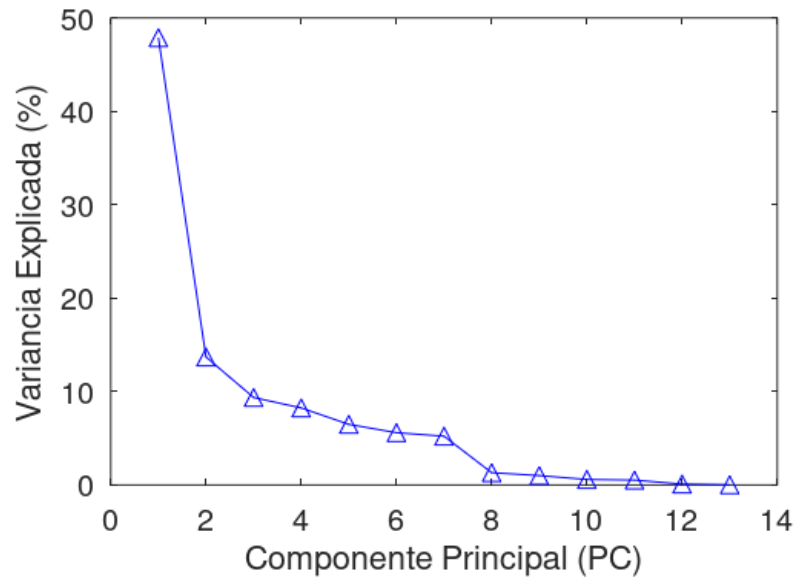
Fonte: elaborado pela autora.

5.2 PÓS TRIAGEM

A etapa pós triagem resultou em 104 pães medidos nos 26 ensaios realizados (ver detalhes na Tabela 8). Os dados originais foram normalizados, com base na referência que continha 40 mg/kg de ADA (experimento 26), e a Dg então calculada. Os dados normalizados da fase III podem ser visualizados com mais detalhes no apêndice, Tabela 6A.

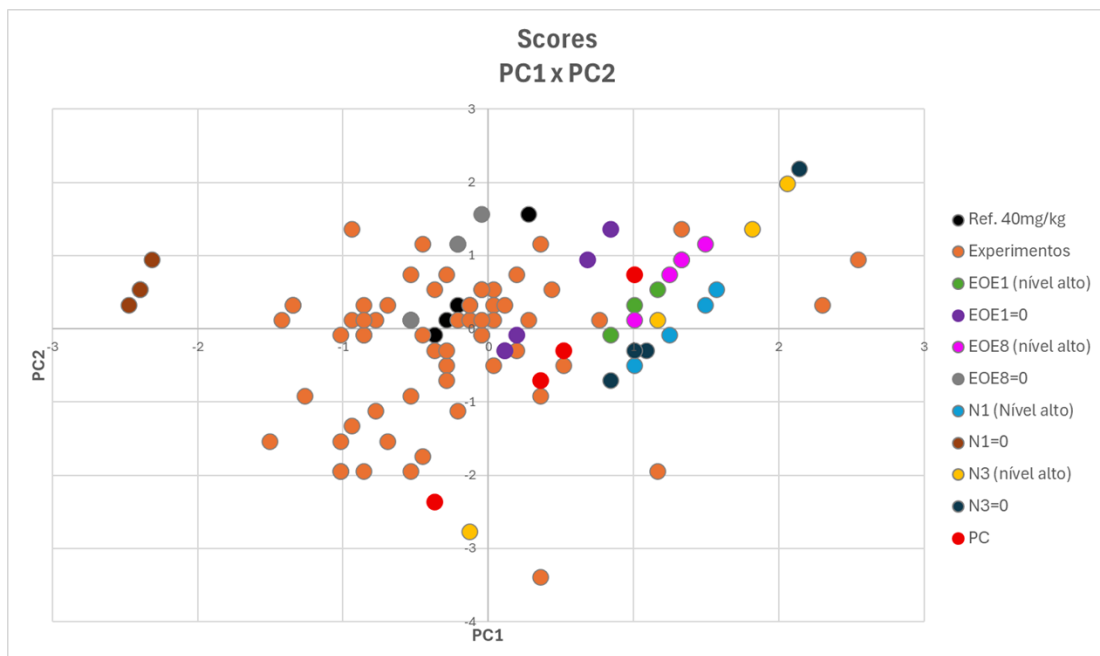
Os dados normalizados e a Dg foram autoescalados para cálculo da PCA com as rotinas do Octave. As Figuras 28, 29 e 30 mostram, respectivamente a variância com mais de 70% explicada pelas PC1, PC2 e PC3, scores e loadings da PCA.

Figura 28 – Variância explicada da fase III.



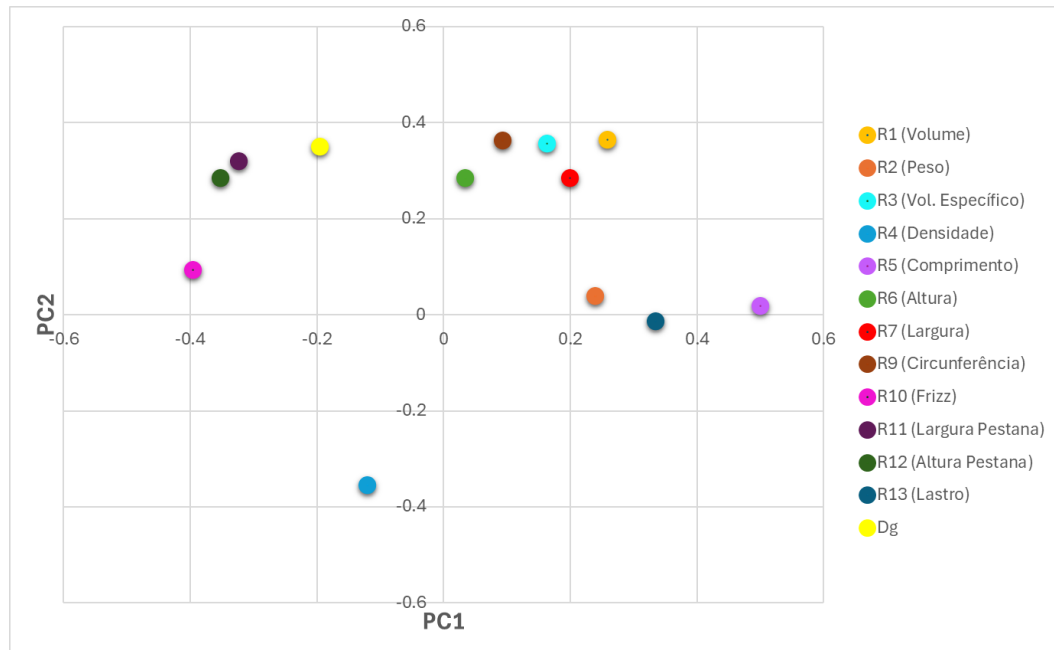
Fonte: elaborado pela autora.

Figura 29 – Scores da PCA, fase III.



Fonte: elaborado pela autora.

Figura 30 – Loadings da PCA, fase III.



Fonte: elaborado pela autora.

Nota: a R8 (altura na largura máxima) não foi considerada, pois apresentava resultados próximos a altura máxima (R6)

Os pães com melhores resultados estão na região da PC1 e PC2 positivas, onde encontram-se as variáveis em seu nível mais alto (+2), Figura 29. Os loadings, na Figura 30, mostram as respostas em comum para os experimentos em cada uma das regiões da PC1 e PC2, principalmente a positiva onde se localizam os melhores resultados. As Figuras 7A a 11A do Apêndice apresentam as fotos dos pães referência e os níveis -2 e +2 de cada uma das variáveis.

O modelo foi calculado individualmente para cada resposta e apresentou falta de ajuste, exceto nas respostas R3 (volume específico) e R4 (densidade dos pães), respectivamente. No apêndice os resultados obtidos na Anova podem ser consultados nas Tabelas 7A.

A fim de identificar os melhores níveis da escala codificada para cada uma das variáveis, a média aritmética dos coeficientes foi calculada. Os coeficientes quadráticos foram mantidos, mas os lineares com resultados inferiores a $\pm 1,5$ foram removidos como critérios de avaliação. A resposta R2 (peso) e R8 (Altura na largura máxima) não foi considerada, pois apresentavam pouca influência no resultado dos pães, assim como a R12, altura da pestana, devido em muitos pães não ter sido possível realizar as medições.

TABELA 13 – Coeficientes mantidos e os valores médios calculados

	Coeficientes	Coeficientes	R1	R3	R4	R5	R6	R7	R9	R10	R11	R13	Média
		b0	106,0	112,6	88,8	95,8	105,4	109,4	107,8	16,1	92,6	294,0	127,8
1	N3	b1								9,0	2,7	2,5	4,7
2	N1	b2	7,5	8,6	-9,0		5,2		3,3	5,5		22,7	6,3
3	EOE8	b3	3,2	3,7	-3,2					-2,7	2,6	9,1	2,1
4	EOE1	b4	2,7	2,7	-2,3			1,6	1,5	11,0	1,7	18,2	4,6
5	(N3) ²	b11	1,2	0,5	-0,5	2,1	-1,4	-0,5	-1,0	-14,6	4,8	-27,8	-3,7
6	(N1) ²	b22	-4,3	-5,1	6,2	1,5	-3,7	-2,1	-3,1	-18,5	7,1	-50,3	-7,2
7	(EOE8) ²	b33	-1,1	-2,6	2,1	0,1	-0,4	-2,1	-1,1	-18,3	0,6	-29,5	-5,2
8	(EOE1) ²	b44	-0,3	-1,2	0,8	0,3	-0,4	-1,9	-1,6	-18,4	5,3	-27,9	-4,5
9	N3 e N1	b12					2,5			8,7		10,2	7,1
10	N3 e EOE8	b13		1,8	-1,6		2,6			-3,0	2,6		0,5
11	N3 e EOE1	b14								4,7		4,3	4,5
12	N1 e EOE8	b23	2,3	2,9	-2,1	1,5	1,7			-5,5	1,7	-15,1	-1,6
13	N1 e EOE1	b24								3,6	-3,1	2,2	0,9
14	EOE8 e EOE1	b34									-5,3	6,5	0,6

Fonte: elaborado pela autora.

Utilizando o Solver do Excel, o valor previsto e as melhores condições das quatro variáveis foram calculados com base no modelo médio proposto:

Resposta média

$$\begin{aligned}
 &= 127,8 + 4,7v_1 + 6,3v_2 + 2,1v_3 + 4,6v_4 - 3,7v_1^2 - 7,2v_2^2 - 5,2v_3^2 \\
 &- 4,5v_4^2 + 7,1v_1v_2 + 0,5v_1v_3 + 4,5v_1v_4 - 1,6v_2v_3 + 0,9v_2v_4 \\
 &+ 0,6v_3v_4
 \end{aligned}$$

Os limites considerados para as quatro variáveis foram de -2 a +2 na escala codificada. Os resultados calculados indicaram as variáveis EOE1, EOE08, N1 e N3, na escala codificada em +1,66, +0,16, +1,51 e +2, e na escala real em 14, 8, 526 e 600mg/kg como os melhores níveis e concentrações dos produtos triados para a substituição do ADA.

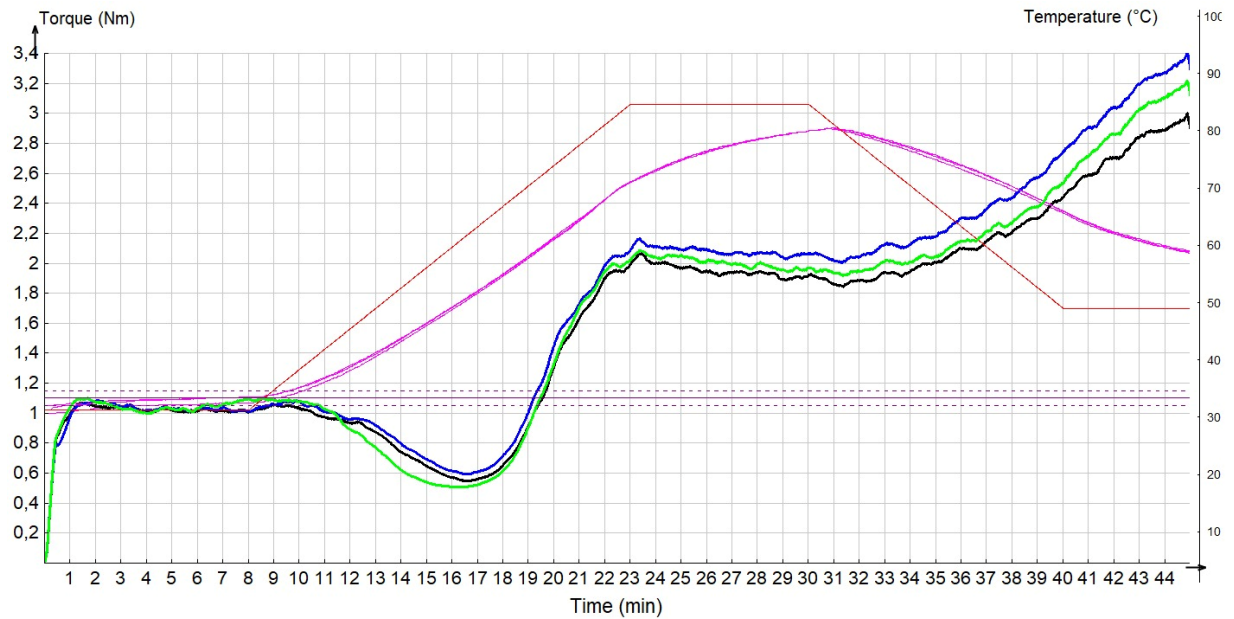
5.2.1 Reologia

As amostras de farinha com ADA e os produtos triados em seus melhores níveis e concentrações calculados foram avaliados nos equipamentos Mixolab, Alveógrafo e Reofermentômetro, a fim de comparar as suas características reológicas e impactos na massa e na farinha de trigo.

A Figura 31 mostra o comparativo das medições realizadas no Mixolab. Conforme método AACC 54-60.02 e Handbook do equipamento [57] [58], o Mixolab avalia o comportamento de uma massa durante o aquecimento e variação de temperatura, o que permite observar em que momento os aditivos e produtos terão maior impacto.

A curva preta é a farinha de trigo sem a presença de ADA e dos produtos, a curva vermelha é a farinha com a aplicação de 40mg/kg de ADA, ou seja, a referência, e a curva azul é a mistura dos produtos da pós triagem, ambos em seu melhor nível e concentração calculados. A absorção de água de 60,9% e umidade de 12,9% encontradas para a farinha de trigo, foram consideradas em todos os ensaios, sem a necessidade de ajustes de absorção, indicando que os produtos não resultam em impactos nesse parâmetro na mistura.

Figura 31 – Comparativo das análises de Mixolab



Fonte: elaborado pela autora.

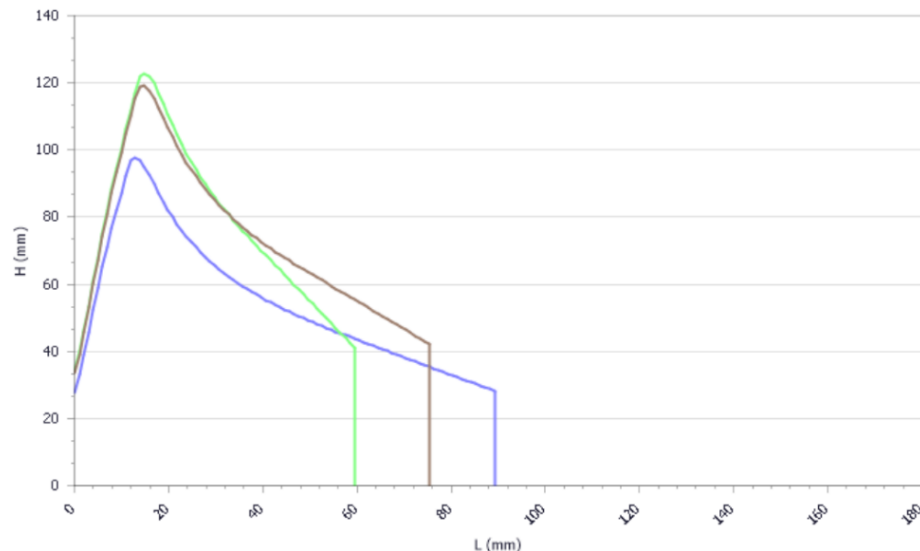
Nota: curva preta = farinha de trigo; curva verde = 40mg/kg de ADA e curva azul = 14 mg/kg do EOE1, 8 mg/kg do EOE8, 526 mg/kg do N1 e 600 mg/kg do N3. curva vermelha = rampa de aquecimento. curva rosa = temperatura real.

A medição contendo o ADA apresentou boa estabilidade na primeira fase de mistura a 30°C (C1), no entanto na fase de medição da resistência do glúten ao aquecimento e mistura (C2), o ADA apresentou queda expressiva que não condiz com o real fortalecimento da rede de glúten que ele gera durante a produção de um pão, no entanto, esse comportamento ocorreu apenas no Mixolab, sendo assim, pode estar relacionado a uma característica reológica específica do produto quando submetido a mistura e aumento da temperatura. A retomada da resistência ocorreu nas fases seguintes, C3, C4 e C5 onde as temperaturas já estão próximas a 76°C, 85°C e 60°C, consecutivamente. Nessas fases, o amido gelatiniza (C3) e junto com a proteína se estabiliza após cozimento (C4) e resfriamento (C5) [58]. Por outro lado, a mistura dos candidatos se destacou em todas as fases, ou seja, no fortalecendo da estrutura das proteínas durante o aquecimento (C2) e posteriormente nas fases C3, C4 e C5, mostrando melhor estabilidade da proteína e do amido após cozimento e resfriamento da massa.

A Figura 32 compara o impacto do ADA e dos produtos na análise de Alveografia. Segundo a metodologia AACC 54-30.02 a medição da análise ocorre a

partir da formação de uma bolha com a massa que após preparo e extrusão esteve em descanso com temperatura controlada e constante de 25°C. Os parâmetros de P, indicando a tenacidade e L, a extensibilidade são o destaque na avaliação dos produtos analisados.

Figura 32 – Comparativo das análises de Alveografia.



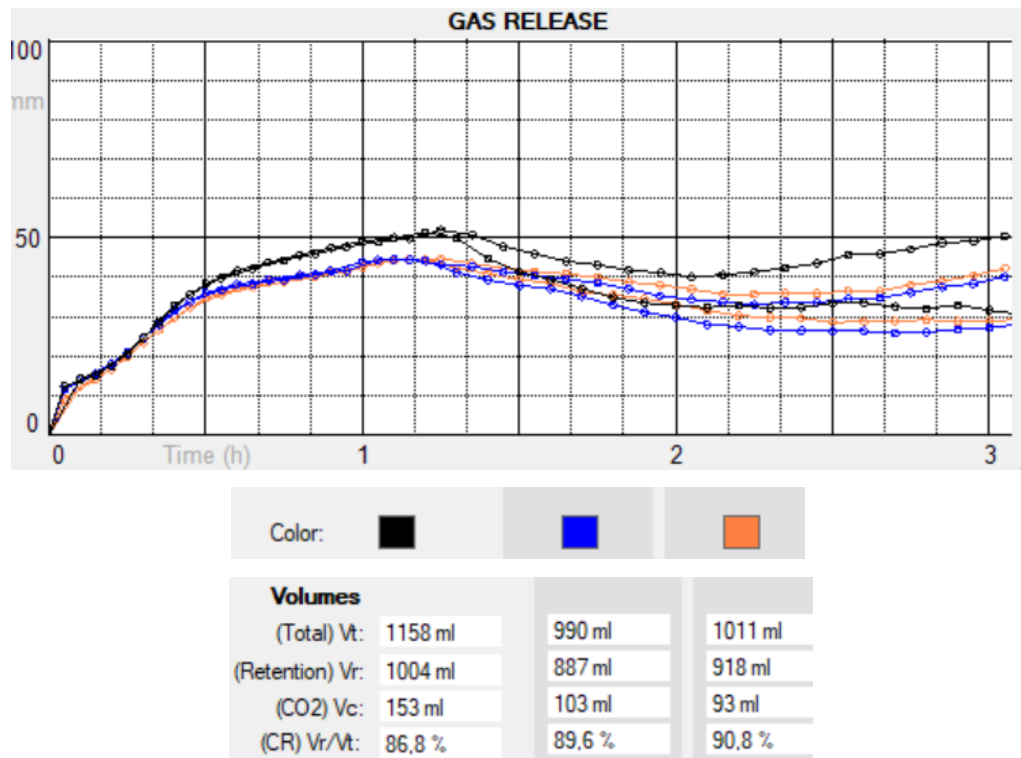
Fonte: elaborado pela autora.

Nota: curva azul = farinha de trigo; curva verde = 40mg/kg de ADA e curva marrom = 14 mg/kg do EOE1, 8 mg/kg do EOE8, 526 mg/kg do N1 e 600 mg/kg do N3.

Conforme esperado é possível ver o expressivo aumento da tenacidade (P) e diminuição da extensibilidade (L) na curva verde em relação a farinha de trigo sem nenhum aditivo ou produto, curva azul. Os produtos pós triagem, curva marrom, também se destacaram com similar aumento de tenacidade, no entanto, a diminuição na extensibilidade ocorreu de maneira menos intensa.

A Figura 33 mostra o comparativo dos gráficos da análise de Reofermentografia realizada no equipamento Rheo F4. A curva em preto é referente a farinha de trigo sem a presença de ADA e dos produtos pós triagem, a curva azul é com 40mg/kg de ADA e a curva laranjada é com os produtos triados em seu melhor nível e concentração calculados.

Figura 33 – Comparativo das análises de Reofermentografia.



Fonte: elaborado pela autora.

Nota: curva preta = farinha de trigo; curva azul = 40mg/kg de ADA e curva laranja = 14 mg/kg do EOE1, 8 mg/kg do EOE8, 526 mg/kg do N1 e 600 mg/kg do N3.

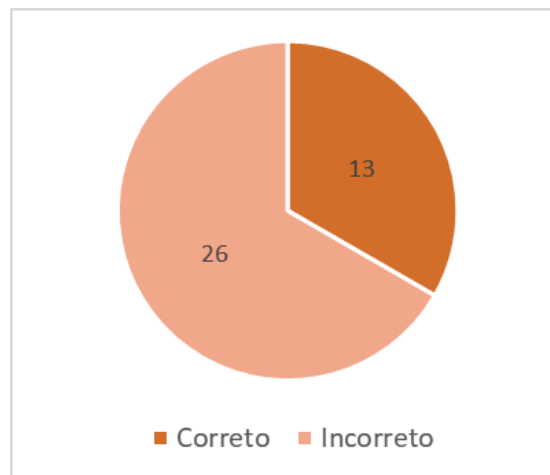
O gráfico de desenvolvimento gasoso indica em ml a quantidade total de dióxido de carbono (CO₂) produzido pelo fermento durante a fermentação (Total) Vt, a quantidade de gás retido na massa (Retention) Vr, o volume de gás despreendido (CO₂)Vc, e em percentual, a capacidade que a massa teve de reter o gás durante a fermentação ((CR)Vr/Vt). Conforme mostra a Figura 33, a maior retenção de CO₂ ocorreu na farinha com os produtos triados, seguido da farinha com ADA, ou seja, os produtos apresentaram resultados próximos ao ADA e indicaram um aumento da capacidade de retenção de gás na massa que é crucial para um bom resultado durante o processo de produção dos pães.

Os dados das análises com mais detalhes podem ser consultados o apêndice, Tabelas 8A a 10A.

5.3 ANÁLISE SENSORIAL

Nos experimentos da análise sensorial, 39 avaliadores não treinados participaram, sendo que 13 (33%) agruparam corretamente os pães e 26 (66%) indicaram de forma errônea, Figura 34.

Figura 34 – Análise geral



Fonte: elaborado pela autora.

O cálculo estatístico da análise sensorial foi realizado através do software EyeOpenR aplicando o teste binomial unilateral que indica se a proporção observada de “acertos” é diferente de uma proporção esperada. No Excel® o p-valor também pode ser calculado através da fórmula:

$$= 1 - \text{DISTR.BINOM}(x - 1; n; p0; \text{VERDADEIRO})$$

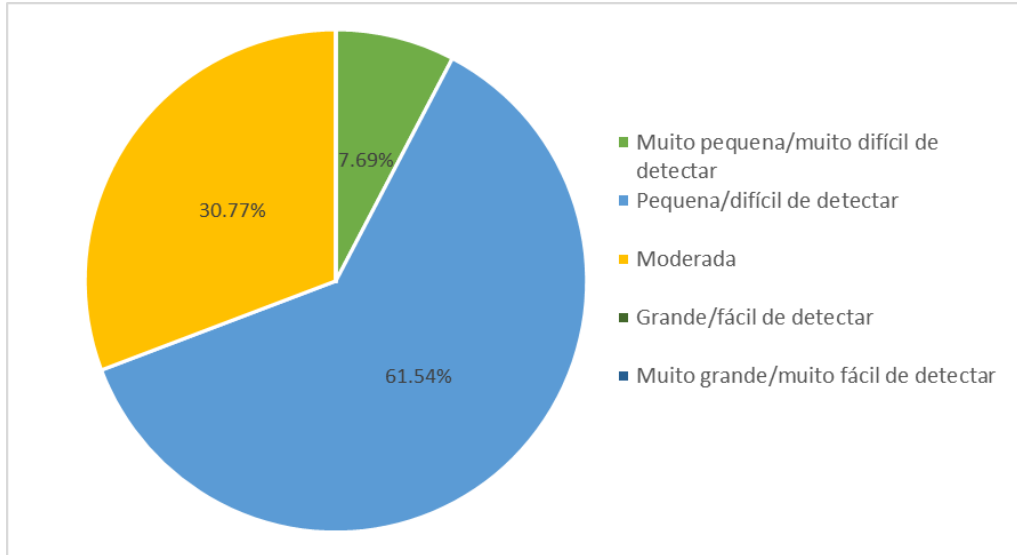
Onde x é o número de acertos (13 para este caso), n é o total de avaliadores participantes e p0 é a probabilidade do teste tetraédrico, ou seja 1/3 ou 33%, uma vez que cada amostra apresenta 3 possibilidades de agrupamento.

A hipótese nula (H_0) afirma que os pães “Referência” e “Teste” não diferem e os avaliadores estão respondendo ao acaso, por outro lado, a hipótese alternativa (H_1) afirma que os pães são diferentes. O risco alfa (α) definido para a probabilidade de rejeitar a hipótese nula (H_0) foi de 0,05.

O p-valor calculado de 0,56 indica que a hipótese nula (H_0) dos acertos serem aleatórios não pode ser descartada ($p\text{-valor} \geq 0,05$), dessa maneira pode-se afirmar que os pães, Referência e Teste, não apresentaram diferenças significativas, uma vez que existe um risco de 56% de estar errado ao afirmar que os produtos são diferentes.

Entre aqueles que acertaram, 31% classificaram como moderada a diferença entre as amostras, 62% como pequena e/ou difícil de detectar e 7% muito pequena e/ou muito difícil de identificar, Figura 35.

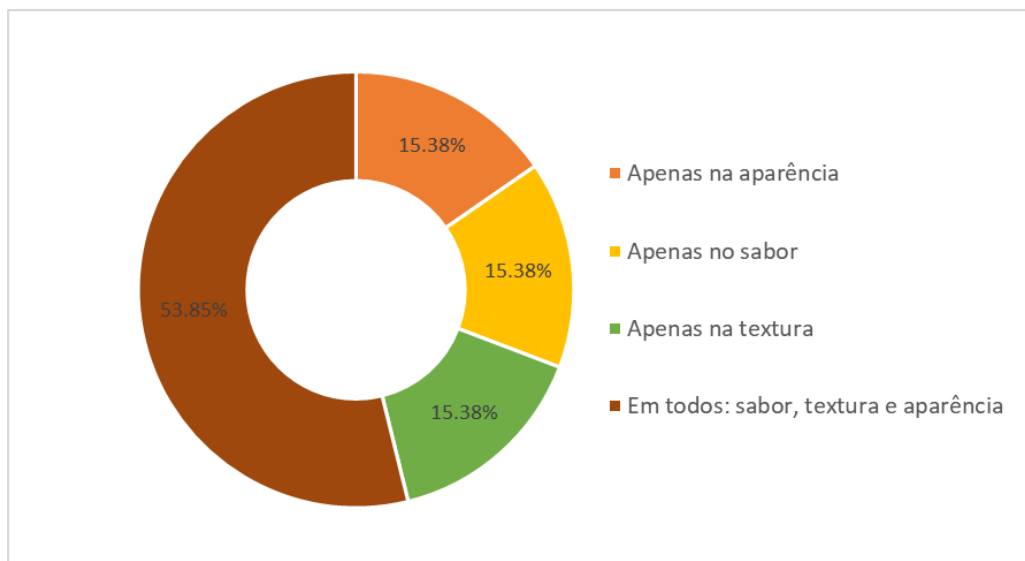
Figura 35 – Grau de diferença apenas dos degustadores que acertaram.



Fonte: elaborado pela autora.

Ainda considerando apenas os avaliadores que acertaram, dentre as diferenças observadas, 53,85% se referiam ao sabor, textura e aparência, enquanto 15,38% ao sabor, textura ou aparência apenas, conforme indica a Figura 36.

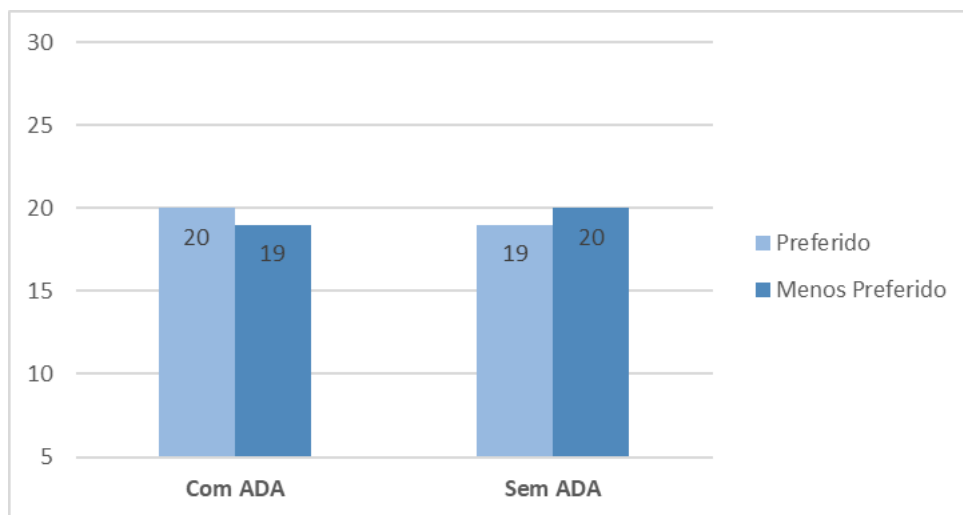
Figura 36 – Diferenças observadas pelos degustadores que acertaram.



Fonte: elaborado pela autora.

Conforme Figura 37, foi realizada a análise sensorial afetiva quantitativa de preferência entre os pães, com e sem ADA. Um total de 20 avaliadores indicaram preferência para os pães com ADA, enquanto 19 para os sem ADA, ou seja, o resultado indicou praticamente um empate que também se refletiu na avaliação dos pães menos preferidos. Levando em consideração os resultados, pode-se dizer que não existe uma clara tendência na preferência dos pães, mas sim uma dificuldade de consenso dos avaliadores, uma vez que muitos erraram o agrupamento por não conseguir identificar as diferenças entre os pães.

Figura 37 – Resultado da análise sensorial afetiva quantitativa.



Fonte: elaborado pela autora.

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os planejamentos do tipo Plackett e Burman e composto central se mostraram eficientes para triagem e avaliação das melhores concentrações das variáveis candidatas a substituição do ADA. Os modelos do planejamento composto central apresentaram falta de ajuste, mas isso não comprometeu a obtenção de resultados adequados. Os produtos pós triagem que foram calculados na sua melhor concentração apresentaram desempenho equivalente aos pães com 40 mg/kg de ADA em diferentes processos de produção de pão francês. O desempenho se mostrou favorável em fermentações curtas e longas, envolvendo até mesmo o processo de congelamento, amplamente utilizado nas indústrias de pão francês no Brasil. Os resultados sensoriais indicaram que os pães com os substitutos do ADA apresentam característica de sabor, textura e aparência similares aos pães com ADA, incluso a avaliação de preferência.

Para Corbion, os produtos que substituíram o ADA serão de grande importância para que os pesquisadores desenvolvam novas soluções aos clientes que necessitem de formulações sem esse aditivo, além de contribuir para o compromisso da Corbion firmado com a ONU através dos ODS globais. O banco de dados e ensinamentos adquiridos durante o desenvolvimento do projeto, contribuirão enormemente para os próximos projetos que visem a substituição de algum reagente ou outro produto que seja necessário.

7. REFERÊNCIAS

- [1] “Pão francês,” [Online]. Disponível: paofrances.com.br/noticias/historia-do-pao-frances. [Acesso em 20 de Maio de 2024].
- [2] SEBRAE. Estudo de mercado. Indústria: Panificação. Serviço de Apoio às Micro e Pequenas Empresas Bahia, Bahia/BA, 2017.
- [3] ANVISA. Guia de Boas Práticas Nutricionais: Pão Francês. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Brasília/DF, 2012
- [4] Bakerpedia”, [Online]. Disponível: bakerpedia.com/ingredients/azodicarbonamide-ada/ [Acesso em 20 de Maio de 2024].
- [5] ANVISA, MS. Instrução normativa – IN N° 211, de 1° de março de 2023. Agência Nacional de Vigilância Sanitária e Ministério da Saúde. Brasília/DF, 2023.
- [6] FERNANDES, Ana Campos; MORAIS, Cecília; FRABCHINI, Bela; PEREIRA, Bárbara; PINHO, Olívia; CUNHA, Luís Miguel. Clean-label products: Factors affecting liking and acceptability by Portuguese older adults. *Appetite*. 2024, 197, 107307.
- [7] “Corbion”, Corbion Produtos Renováveis Ltda [Online]. Disponível: www.corbion.com/About-Us/Our-company/Our-strategy. [Acesso em 21 de Maio de 2024].
- [8] “Corbion”, Corbion Produtos Renováveis Ltda [Online]. Disponível: www.corbion.com/Products. [Acesso em 21 de Maio de 2024].
- [9] ANVISA. RDC (Resolução Diretoria Colegiada) N° 90, de 18 de outubro de 2000. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Brasília/DF, 2000.
- [10] CARY, Mr R; Dobson, Dr S; BALL, Mrs E. Azodicarbonamide. World Health Organization. Concise International Chemical Assessment Document 16. Geneva, 1999.
- [11] “SEBRAE” [Online]. Disponível: sebrae.com.br/sites/PortalSebrae/artigos/movimento-clean-label-o-rotulo-que-todos-conseguem-entender,a37e7bd8e8c5810VgnVCM1000001b00320aRCRD. [Acesso em 20 de maio de 2024].
- [12] PENFIELD, M. P.; CAMPBELL, A. M. *Experimental Food Science*, San Diego: Academic Press, 1990. 541p.
- [13] WATANABE, Edson; BENASSI, Vera Toledo. O USO DE MASSA CONGELADA NA PRODUÇÃO DE PÃO. *B. CEPPA*, Curitiba, v. 18, n. 1, p. 71-84, jan./jun.2000.
- [14] STAUFFER, C. E. Principles of Dough formation In CAUVAIN, S. P.; YOUNG, L.S. *Technology of Breadmaking*, London: Blackie Academic & Professional, 1998. p. 262-295.

[15] MATUDA, Tatiana Guinoza. Estudo do congelamento da massa de pão: determinação experimental das propriedades termo físicas e desempenho de panificação. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. São Paulo, 2008.

[16] MENDES, Maiara Pereira. Panificação e Confeitaria. UNIPAR - Universidade Paranaense. Umuarama/PR. Disponível: moodle.ead.unipar.br/materiais/webflow/panificacao-e-confeitaria/documents/panificacao-e-confeitaria.pdf. [Acesso em 21 de Maio de 2024].

[17] “Embrapa,” [Online]. Disponível: www.embrapa.br/agencia-de-informacao-tecnologica/tematicas/tecnologia-de-alimentos/processos/tipos-de-processos/panificacao. [Acesso em 21 de Maio de 2024].

[18] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 16170: Guia de implementação: Panificação – pão tipo francês. Diretrizes para avaliação da qualidade e classificação. Rio de Janeiro: ABNT, 2015.

[19] ROMEU, Clarissa Capelas; TADINI, Carmen Cecília; MATUDA, Tatiana Guinoza. PIC-EPUSP N°3, 2006.

[20] BANDRÃO, Silvana Soares; LIRA, Hércules de Lucena. Tecnologia de panificação e Confeitaria. UFRPE (Universidade Federal Rural de Pernambuco) /CODAI (Colegio Agrícola Dom Agostinho) Ikas. 2011, B817t.

[21] KECHINSKI, Carolina Pereira; CASTRO, Marcel Guigou; FLECK, Renata Jacob; NORENA, Caciano Zapata. Viabilidade de células de levedura em massas congeladas de pão francês. Ciência Rural, Santa Maria, v.40, n.5, p.1193-1198, mai, 2010.

[22] “ACS,” [Online]. Disponível: www.acs.org/molecule-of-the-week/archive/a/azodicarbonamide.html. [Acesso em 21 de maio de 2024].

[23] ZHAO, Chunfei; LUO, Ziyue; LI, Mingze; GAO, Jihui; LIANG, Zhongxin; SUN, Siyuan, WANG, Xi; YANG, Dong. Wheat protein disulfide isomerase improves bread properties via different Mechanisms. Food Chem. 2020, 315, 126242.

[24] JOINER, Robert R; VIDAL, Frederick D; MARKS, Henry C. A new powdered agent for flour maturing. Apresentado na reunião da AACCC (American Association of Cereal Chemists) Manhattan, Kansas, 1962.

[25] CAÑAS, Benjamin J; DIACHENKO, Gregory W.; NYMAN, Patricia J. Ethyl carbamate levels resulting from azodicarbonamide use in bread. Food Additives & Contaminants. 1997, Vol. 14, N° 1, 89-94.

[26] MAPA. Instrução normativa – IN N° 13, de 29 de junho de 2005. [On line]. Disponível: www.legisweb.com.br/legislacao/?id=76202. [Acesso em 12 de junho de 2024].

[27] “FDA”, [Online]. Disponível: www.fda.gov/about-fda. [Acesso em 30 de Maio de 2024].

-
- [28] “CFR”, [Online]. Disponível: www.fda.gov/medical-devices/overview-device-regulation/code-federal-regulations-cfr. [Acesso em 30 de Maio de 2024].
- [29] “CFR, 72.806 Azodicarbonamide”. [Online]. Disponível: www.accessdata.fda.gov/scripts/cdrh/cfdocs/cfCFR/CFRSearch.cfm?fr=172.806. [Acesso em 30 de Maio de 2024].
- [30] “EUR-Lex, Documento 32024D0367,” [Online]. Disponível: eur-lex.europa.eu/legal-content/PT/TXT/?uri=CELEX%3A32024D0367&qid=1717105159650. [Acesso em 30 de Maio de 2024].
- [31] “EUR-Lex, REGULAMENTO (UE) N.º 1129/2011 DA COMISSÃO de 11 de novembro de 2011”. [Online]. Disponível: eur-lex.europa.eu/legal-content/PT/TXT/?uri=CELEX%3A32011R1129&qid=1717115348541. [Acesso em 30 de maio de 2024].
- [32] “EUR-Lex, Documento 92003E003194”, [Online]. Disponível: eur-lex.europa.eu/legal-content/PT/TXT/?uri=CELEX%3A92003E003194&qid=1716999373380. [Acesso em 30 de Maio de 2024].
- [33] “EUR-Lex, REGULAMENTO (UE) N.º 10/2011 DA COMISSÃO de 14 janeiro de 2011”. [Online]. Disponível: eur-lex.europa.eu/legal-content/PT/TXT/?uri=CELEX%3A02011R0010-20230831. [Acesso em 30 de Maio de 2024].
- [34] “EUR-Lex, Directiva 2004/1/CE da Comissão, de 6 de janeiro de 2004”. [Online]. Disponível: eur-lex.europa.eu/legal-content/PT/TXT/?uri=CELEX%3A32004L0001&qid=1717109593801. [Acesso em 30 de Maio de 2024].
- [35] VANDEGINSTE, BGM; KAUFMAN, L. Chemometrics: a textbook. Data Handling in Science and Technology – Volume 2. Amsterdam, 2003.
- [36] BRERETON, Richard G. Chemometrics: Data Analysis for the laboratory and Chemical Plant. University of Bristol. UK, 2003.
- [37] RODRIGUES, Maria Isabel; LEMMA, Antonio Francisco. Planejamento de Experimentos & Otimização de Processos. Carita editora, 3ª edição revisada. Campinas/SP, 2014.
- [38] DEAN, Angela; VOSS, Danel Draguljic´. Design and Analysis of Experiments. Spring Texts in Statistics, 2ª edição, Cham/Suíça, 2017.
- [39] REKAB, Kamel; SHAIKH, Muzaffar. Statistical Design of Experiments with Engineering Applications. Taylor & Francis Group, LLC. 2014. [Online]. Disponível: books.google.com.br/books?id=UgINAwAAQBAJ&pg=PA32&dq=Plackett-Burman+Design&hl=en&sa=X&redir_esc=y#v=onepage&q=Plackett-Burman%20Design&f=false. [Acesso em 01 de agosto de 2024].

-
- [40] Box, G.E.P. and Wilson, K.B. (1951). On experimental attainment of optimum conditions. *Journal of the Royal Statistical Society Series B (Methodological)*, 8:1–38.
- [41] OYEJOLA, B. A; NWANYA, J.C. Selecting the Right Central Composite Design. *International Journal of Statistics and Applications*, 5(1): 21-30, 2015.
- [42] SZPISJÁK, Gulyás N; AL, Tayawi Aws N.; Zs, Horváth H. et al. Methods for experimental design, central composite design and the Box–Behnken design, to optimise operational parameters: A review. *AK Journals*, 2023.
- [43] AMARAL, Antônio das Graças; SANTOS, Elisa Norberto Ferreira. ANÁLISE SENSORIAL: TESTES DISCRIMINATIVOS, DESCRITIVOS E AFETIVOS. *Anais do I Seminário de Pesquisa e Inovação Tecnológica*. v.1 n.1, junho, 2017.
- [44] DALLA, Flávia Michelin Dalla. *Análise Sensorial Clássica: Fundamentos e Métodos*. Mérida Publishers CC-BY 4.0, 2021.
- [45] “Handbook of Food Analysis: Physical characterization and nutriente”. [Online]. Disponível: www.books.google.com.br/books?hl=pt-BR&lr=&id=3UbW60mND1gC&oi=fnd&pg=PA21&dq=Sensory+evaluation+techniques&ots=j9VGg3J4Lm&sig=9SvFqV1MpbYykpOK8lO4jwCkxh0&redir_esc=y#v=onepage&q=Sensory%20evaluation%20techniques&f=false. [Acesso em 09 de outubro de 2025].
- [46] ENNIS, John M.; CHRISTENSEN, Rune H.B. Precision of measurement in Tetrad testing. *ScienceDirect*, Volume 32, Part A, Pages 98-106, Março de 2014.
- [47] “Extralab”. [Online]. Disponível: extralab.com.br/produtos/volscan-profiler. [Acesso em 15 de junho de 2024].
- [48] VOLSCAN PROFILER GUIDE. Manual do equipamento Volscan. Disponível no software versão 2,1,0,0, 2021
- [49] “KPM Analytics”. [Online]. Disponível: www.kpmanalytics.com/products/functional-rheological/mixolab-2. [Acesso em 15 de junho de 2024].
- [50] “KPM Analytics”. [Online]. Disponível: www.kpmanalytics.com/products/functional-rheological/alveolab. [Acesso em 15 de junho de 2024].
- [51] “KPM ANALYTICS”. [Online]. Disponível: www.kpmanalytics.com/products/functional-rheological/rheo-f4. [Acesso em 22 de novembro de 2025].
- [52] AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTSAC. AACC 89-01.01. *Yeast Activity, Gas Production*, 1999.
- [53] Pereira, F. M. V.; Pereira-Filho, E. R.; *Quim. Nova* 2018, 41, 1061.
- [54] Hilário, F. F.; Castro, J. P.; Barros, T. E.; Pereira-Filho, E. R.; *Quim. Nova* 2021, 44, 874.

[55] Ferreira, D. S.; Rodrigues, L. S.; Pereira, F. M. V.; Pereira-Filho, E. R.; Quim. Nova 2023, 46, 747.

[56] "EDENIR". [Online]. Disponível: www.youtube.com/c/EdenirPereiraFilho. [Acesso em 30 de maio de 2024].

[57] CHOPIN TECHNOLOGIES. Mixolab Applications Handbook. Rheological end enzymes analyses. Analysis methods. Studies and applications. França, 2015.

[58] AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTSAC. AACC 54-60.02. Determination of Rheological Behavior as a Function of Mixing and Temperature Increase in Wheat Flour and Whole Wheat Meal by Mixolab, 2010.

[59] AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTSAC. AACC 54-30.02. Alveograph Method for Soft and Hard Wheat Flour, 1999.

APÊNDICE

TABELA 1A – Dados normalizados 2h de fermentação, triagem fase I

Ensaio	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8	R9	R10	R11	R12	R13	Dg
1	113	99	114	88	106	110	105	112	110	228	167	669	100	134
1	114	100	114	88	107	108	104	111	111	186	151	680	122	133
1	106	93	114	88	100	111	107	111	110	170	152	589	110	128
1	113	99	114	88	106	113	101	115	110	198	187	880	107	137
2	112	104	107	93	111	103	105	103	106	106	145	554	95	121
2	107	100	107	93	102	109	102	110	107	142	147	240	114	117
2	106	99	107	93	105	115	97	117	106	115	135	486	99	121
2	109	102	107	93	108	104	104	105	106	127	131	211	104	114
3	108	99	109	92	106	102	103	104	105	106	144	360	94	116
3	111	101	109	92	105	108	103	110	111	155	158	737	113	131
3	118	108	109	92	106	115	103	117	110	99	169	577	92	125
3	107	98	109	92	105	106	102	108	105	128	156	497	112	123
4	114	105	108	92	110	109	103	109	106	92	111	314	94	113
4	106	98	108	92	108	105	100	107	101	105	130	154	107	108
4	111	102	108	92	111	112	95	114	102	81	129	377	102	115
4	109	100	108	92	108	106	100	107	103	132	133	526	78	119
5	103	102	101	99	97	108	106	111	110	154	166	777	119	131
5	100	99	101	99	100	107	101	109	107	142	163	691	96	126
5	98	98	101	99	95	105	105	107	112	167	175	817	109	130
5	101	100	101	99	103	109	101	111	107	163	195	783	104	132
6	102	99	103	97	98	105	107	107	113	172	202	1046	98	135
6	98	95	103	97	92	106	104	108	108	119	186	680	98	124
6	109	106	103	97	101	105	105	107	110	138	178	697	115	130
6	103	100	103	97	101	99	105	102	111	143	171	886	112	130
7	99	105	94	106	100	103	98	104	101	86	157	269	120	113
7	98	104	94	106	105	106	97	108	105	194	153	754	102	129
7	95	101	94	106	99	101	92	103	99	121	170	360	97	115
7	100	107	94	106	102	103	102	105	108	126	149	669	88	123
8	91	98	93	108	103	94	98	91	98	143	156	640	112	121
8	99	107	93	108	102	101	101	103	103	145	169	577	95	124
8	88	95	93	108	89	97	99	97	101	142	147	469	109	117
8	101	109	93	108	105	104	102	105	104	164	169	509	89	124
9	103	92	111	90	101	103	103	105	107	129	146	634	110	123
9	106	95	111	90	105	104	102	106	103	110	130	446	106	118
9	107	96	111	90	104	103	102	106	105	122	128	434	104	118
9	111	100	111	90	105	108	102	111	105	84	137	423	101	117
10	107	100	108	93	104	102	105	104	108	137	126	583	95	122
10	107	99	108	93	104	104	105	106	108	99	122	474	110	118
10	108	100	108	93	108	105	100	107	105	114	152	560	109	123
10	108	100	108	93	108	105	100	107	105	114	156	486	108	122
11	109	100	109	92	106	101	100	102	105	94	181	640	111	123
11	99	91	109	92	95	100	103	101	104	172	148	269	93	115

11	112	103	109	92	105	98	106	100	107	77	160	583	104	119
11	112	103	109	92	104	98	106	100	107	77	161	474	106	118
12	105	100	104	96	102	110	102	111	105	106	142	434	86	117
12	105	101	104	96	109	102	100	103	103	109	167	486	104	121
12	107	102	104	96	106	99	105	100	105	122	166	457	95	120
12	104	100	104	96	105	100	103	101	104	77	150	354	111	114
13	98	88	112	90	100	102	100	104	100	124	121	229	93	108
13	112	100	112	90	108	109	104	112	105	114	130	377	104	119
13	109	97	112	90	99	106	102	108	104	91	128	229	98	110
13	103	93	112	90	103	112	99	113	104	110	157	246	90	113
14	104	97	108	93	100	104	104	106	105	109	128	280	96	112
14	108	100	108	93	105	102	104	102	105	133	117	389	95	117
14	103	95	108	93	102	105	105	107	106	130	122	463	109	119
14	100	93	108	93	102	115	100	115	107	115	151	326	102	117
15	118	108	109	92	106	106	109	108	111	131	123	251	102	117
15	114	104	109	92	105	105	106	107	107	142	160	469	96	124
15	108	99	109	92	103	100	108	100	109	157	137	457	115	123
15	105	96	109	92	103	100	102	101	103	101	117	337	97	112
16	111	100	111	90	98	99	106	100	105	103	83	366	96	110
16	110	99	111	90	104	98	101	99	102	74	91	131	100	100
16	111	100	111	90	107	102	103	102	103	116	108	131	102	106
16	106	96	111	90	105	110	99	112	102	101	74	183	95	104
17	117	114	103	97	103	99	108	99	106	103	126	469	103	119
17	128	124	103	97	117	106	106	108	108	94	99	366	98	118
17	114	111	103	97	114	96	102	98	104	87	117	400	97	114
17	113	110	103	97	107	107	107	107	107	119	117	280	118	117
18	116	104	111	90	112	96	106	98	104	100	104	286	89	111
18	110	99	111	90	106	99	104	100	104	95	101	331	96	111
18	110	99	111	90	102	103	104	103	105	92	114	434	94	114
18	113	102	111	90	112	95	105	95	103	103	55	143	97	100
19	112	102	110	91	106	110	109	113	110	102	140	531	107	123
19	107	97	110	91	109	100	103	101	103	79	109	314	90	109
19	113	103	110	91	107	111	107	113	107	95	85	131	96	105
19	102	93	110	91	105	104	100	105	103	107	115	383	96	113
20	111	95	116	86	111	97	102	97	103	73	92	446	101	110
20	112	97	116	86	99	104	106	105	106	82	107	194	101	106
20	119	103	116	86	104	109	104	109	108	118	103	229	103	113
20	110	95	116	86	105	105	99	107	102	84	127	326	108	113
21	101	92	110	91	102	114	95	116	100	141	83	183	109	108
21	108	99	110	91	106	119	101	120	105	158	98	257	119	118
21	114	103	110	91	106	121	99	122	106	98	95	257	103	113
21	108	98	110	91	101	123	98	124	105	112	104	417	114	119
22	109	105	104	96	102	105	102	106	104	106	84	366	101	112
22	106	102	104	96	104	99	101	99	101	79	97	206	98	104
22	106	102	104	96	107	99	102	100	101	77	82	149	98	100
22	107	103	104	96	102	101	105	102	104	76	102	183	95	104

23	107	103	104	96	101	101	100	103	102	109	136	526	124	121
23	113	109	104	96	109	104	102	103	105	91	85	263	100	109
23	104	100	104	96	104	101	103	97	102	108	97	103	97	101
23	104	100	104	96	105	99	99	100	99	109	83	0	92	0
24	98	98	100	100	101	99	99	99	99	90	104	211	83	103
24	105	105	100	100	102	104	102	105	102	94	103	189	118	108
24	98	98	100	100	101	99	99	99	99	90	80	0	101	0
24	98	98	100	100	97	99	100	97	99	126	113	0	99	0

TABELA 2A – Dados normalizados 3h de fermentação, triagem fase I

Ensaio	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8	R9	R10	R11	R13	Dg
1	101	96	106	94	95	106	98	107	100	85	254	75	104
1	102	96	106	94	105	106	95	104	97	130	272	93	111
1	108	102	106	94	107	114	97	115	100	92	327	80	111
1	110	104	106	94	105	116	99	117	103	82	247	74	108
2	96	91	105	95	100	103	96	103	98	58	404	89	105
2	108	102	105	95	107	104	98	105	100	66	370	92	109
2	104	99	105	95	107	108	97	108	100	97	354	80	111
2	100	95	105	95	101	110	95	110	98	58	229	68	100
3	115	107	107	93	110	118	98	119	103	102	283	72	112
3	114	106	107	93	110	114	97	114	101	73	297	96	111
3	104	97	107	93	107	118	93	117	99	123	233	76	110
4	109	104	105	95	113	116	97	112	100	107	303	71	112
4	107	103	105	95	100	128	85	129	99	104	305	86	113
4	102	97	105	95	113	128	85	129	99	104	354	88	114
4	102	104	98	102	98	107	98	107	101	88	348	87	110
5	99	101	98	102	95	104	98	105	100	77	353	92	108
5	98	100	98	102	98	107	98	107	98	65	323	73	104
5	101	103	98	102	104	103	95	101	99	49	299	84	102
5	106	102	104	96	104	105	99	103	104	119	228	100	111
6	109	105	104	96	107	101	100	102	102	100	206	85	107
6	103	99	104	96	100	104	98	103	100	81	288	101	108
6	107	103	104	96	106	107	99	108	102	62	319	86	107
6	101	107	94	106	104	108	95	108	100	91	268	94	109
7	97	103	94	106	104	96	97	96	98	111	208	77	104
7	99	105	94	106	107	107	92	107	95	79	241	62	102
7	96	102	94	106	103	98	96	98	98	100	247	86	106
8	93	103	91	110	111	106	87	106	93	104	266	90	108
8	96	106	91	110	102	122	89	123	97	74	343	75	108
8	95	105	91	110	106	105	93	106	96	57	316	75	103
8	107	97	110	91	102	101	100	101	101	103	248	77	107
9	113	103	110	91	103	113	98	114	103	75	203	94	107
9	109	99	110	91	104	111	97	110	100	98	188	76	105
9	113	103	110	91	106	112	100	112	103	86	246	87	109
9	105	101	104	96	112	102	93	101	95	76	161	80	101
10	109	104	104	96	110	107	97	107	101	87	185	84	105
10	100	96	104	96	98	100	98	100	100	47	268	75	99
10	101	97	104	96	93	99	103	99	103	156	201	92	109
10	103	99	104	96	99	103	104	102	102	102	178	108	107
11	94	90	104	96	101	95	98	95	98	77	148	94	98
11	102	98	104	96	108	95	96	94	95	63	143	79	96
11	102	98	104	96	102	107	94	108	98	61	0	80	0
11	106	101	104	96	107	103	98	102	99	48	0	99	0
12	103	98	104	96	106	94	98	93	97	47	193	84	97
12	99	95	104	96	104	103	94	103	96	78	0	79	0

12	101	97	104	96	108	99	94	100	97	105	0	85	0
12	102	99	104	97	106	98	98	98	97	78	262	86	104
13	104	101	104	97	99	99	105	100	103	116	203	106	109
13	108	104	104	97	93	107	107	105	107	185	156	91	111
13	95	92	104	97	105	93	101	93	99	124	193	76	103
13	109	104	105	95	107	107	104	107	106	129	200	96	112
14	106	101	105	95	105	100	106	101	104	111	252	89	110
14	97	93	105	95	99	92	101	92	101	103	193	105	104
14	103	98	105	95	102	105	101	99	105	190	232	104	115
15	111	109	102	98	116	103	100	102	101	170	193	86	113
15	99	98	102	98	112	94	100	94	99	94	217	104	106
15	104	102	102	98	108	106	97	106	99	139	167	102	109
16	104	98	107	94	104	94	105	93	101	105	171	89	104
16	107	100	107	94	107	91	105	91	101	108	121	91	102
16	112	105	107	94	108	98	105	96	103	115	164	95	107
17	102	95	107	94	110	89	99	88	101	103	152	111	103
17	108	101	107	94	105	97	104	97	103	127	174	91	107
17	115	108	107	94	116	93	105	94	104	109	139	109	107
18	97	94	103	97	104	89	104	90	99	120	101	95	99
18	112	108	103	97	113	104	100	99	100	73	84	85	97
18	108	105	103	97	111	89	103	87	100	68	106	97	97
18	107	97	110	91	101	106	97	106	100	65	196	76	101
19	107	98	110	91	104	105	97	103	99	82	164	89	103
19	108	99	110	91	93	112	102	112	106	68	0	102	0
19	109	99	110	91	104	106	102	104	103	103	255	82	109
20	120	100	120	83	115	106	97	105	100	103	186	78	107
20	114	94	120	83	110	100	99	101	101	104	0	88	0
20	126	105	120	83	115	110	101	110	103	78	179	100	109
21	105	99	107	94	104	95	97	94	99	105	166	88	103
21	100	94	107	94	101	109	96	105	101	148	106	87	103
21	113	105	107	94	110	101	98	100	98	95	159	73	103
22	108	102	106	94	102	98	103	98	101	107	113	98	102
22	99	93	106	94	107	97	97	97	97	75	124	96	98
22	107	101	106	94	108	91	103	91	101	68	153	92	100
23	113	106	106	94	103	101	99	101	101	85	121	76	100
23	105	98	106	94	104	97	100	97	100	74	192	77	101
23	101	95	106	94	104	98	100	99	99	124	166	96	106
24	98	98	100	100	97	97	101	97	100	67	0	86	0
24	98	98	100	100	96	102	100	101	100	96	143	109	103
24	104	104	100	100	106	97	101	98	101	116	102	113	103
24	101	101	100	100	101	103	99	104	99	122	154	91	105

OBS: A R12, altura da pestana, não foi considerada devido não ter sido possível a medição nos pães com 3h de fermentação.

TABELA 3A – Dados normalizados 2h de fermentação, triagem fase II

Ensaio	R1	R3	R4	R5	R6	R7	R9	R10	R11	R13	Dg
1	127	127	79	94	117	110	115	83	174	94	109
1	123	123	81	100	111	107	109	76	153	85	105
1	120	120	83	106	108	102	103	71	145	86	103
1	124	124	81	108	104	106	107	73	153	95	105
2	129	129	78	100	108	116	113	93	123	100	108
2	128	128	78	99	108	116	113	91	134	102	108
2	132	132	76	107	105	113	111	86	178	82	109
2	130	130	77	108	103	110	109	93	182	91	110
3	121	121	82	98	118	107	109	67	186	109	108
3	131	131	77	91	114	120	119	74	201	131	114
3	124	124	81	105	110	110	113	65	182	109	109
3	127	127	79	93	104	117	116	60	192	96	106
4	129	129	77	96	112	115	116	53	168	87	104
4	129	129	78	99	110	115	121	90	208	115	116
4	123	123	81	98	106	113	115	65	192	106	108
4	128	128	78	103	106	114	115	68	176	104	109
5	126	126	79	100	107	115	115	62	158	106	106
5	129	129	77	106	104	111	113	76	135	105	107
5	127	127	79	95	104	119	117	85	149	122	110
5	128	128	78	99	102	110	111	74	149	126	108
6	131	131	76	99	123	116	117	73	174	126	113
6	134	134	74	100	118	115	117	88	157	130	114
6	136	136	73	97	113	117	119	98	201	116	117
6	133	133	75	109	104	112	113	85	158	128	113
7	136	136	73	103	114	117	119	121	169	96	116
7	136	136	73	104	109	113	117	102	148	92	111
7	136	136	73	101	108	120	121	90	188	123	116
7	130	130	77	105	103	115	118	120	163	123	117
8	120	120	83	99	106	109	112	154	160	147	119
8	121	121	82	98	105	111	112	137	177	99	114
8	117	117	86	101	103	108	109	113	138	99	108
8	123	123	81	105	100	112	113	133	153	112	114
9	114	114	87	97	111	110	113	97	136	100	107
9	109	109	92	92	97	107	110	140	138	103	109
9	115	115	87	98	97	110	110	113	146	94	107
9	109	109	92	101	95	103	101	76	117	93	99
10	120	120	83	89	121	116	118	113	173	103	114
10	119	119	84	105	109	110	111	112	145	112	112
10	115	115	87	98	105	112	111	108	145	97	108
10	119	119	84	107	102	109	110	105	157	109	111
11	166	166	60	114	140	102	122	66	154	116	115
11	165	165	61	116	137	107	120	59	122	117	111
11	159	159	63	119	134	98	116	77	128	112	112
12	145	145	69	111	125	112	114	72	105	111	108
12	144	144	70	115	123	107	110	60	110	108	105

12	141	141	71	109	122	112	114	75	90	112	106
13	143	143	70	114	109	109	110	60	98	100	102
13	141	141	71	111	107	109	109	61	80	107	101
13	144	144	70	116	105	109	108	64	83	97	101
14	151	151	66	112	127	113	121	109	156	91	116
14	156	156	64	111	120	113	114	63	152	115	112
14	160	160	62	114	116	123	117	59	89	95	104
15	160	160	62	115	116	113	119	77	115	126	112
15	154	154	65	119	113	114	116	111	142	113	117
15	168	168	59	120	108	119	119	101	144	128	119
16	154	154	65	116	123	111	118	93	105	98	111
16	150	150	67	109	113	113	115	76	111	105	108
16	144	144	69	119	110	108	108	46	129	102	103
17	189	189	53	122	111	132	145	117	276	156	138
17	193	193	52	122	111	131	138	53	228	137	123
17	197	197	51	124	106	138	141	71	272	129	129
18	166	166	60	115	106	118	127	80	215	140	122
18	156	156	64	114	104	122	125	80	215	114	118
18	156	156	64	108	103	121	126	66	197	129	116
19	182	182	55	118	116	131	134	109	253	139	133
19	174	174	57	120	107	129	131	102	222	131	127
19	163	163	61	120	101	122	124	93	203	120	121
20	156	156	64	115	113	118	121	62	191	102	113
20	145	145	69	121	107	111	114	71	180	83	110
20	152	152	66	111	101	119	126	82	191	122	117
21	170	170	59	120	130	121	129	81	164	113	120
21	174	174	58	120	128	123	130	86	198	121	124
21	153	153	65	120	124	118	121	66	149	119	114
22	158	158	63	113	135	124	135	55	205	134	120
22	161	161	62	115	134	118	127	48	178	123	115
22	165	165	61	120	130	122	129	89	191	132	125
23	167	167	60	118	103	128	128	72	181	118	118
23	163	163	61	125	101	127	126	71	186	112	117
23	162	162	62	117	101	122	122	81	184	108	116
24	102	102	98	102	106	96	99	117	88	108	102
24	101	101	99	100	105	101	100	85	118	101	101
24	101	101	99	101	97	97	98	88	107	82	97
24	97	97	103	96	92	106	103	110	86	108	100

NOTA: A R2 (peso), R8 (altura na largura máxima) e R12 (altura da pestana), não foram consideradas, pois apresentavam resultados pouco relevantes, valores semelhantes a altura máxima e por não ter sido possível a medição nos pães.

TABELA 4A – Dados normalizados 3h de fermentação, triagem fase II

Ensaio	R1	R3	R4	R5	R6	R7	R9	R10	R11	R13	Dg
1	114	114	88	99	115	105	106	75	185	88	106
1	113	113	89	96	113	103	105	47	180	84	99
1	122	122	82	106	120	107	108	65	183	88	106
1	122	122	82	105	118	103	107	75	176	49	101
2	113	113	89	111	114	95	97	45	144	70	95
2	112	112	89	110	132	102	106	58	122	81	100
2	121	121	83	112	135	95	103	57	160	115	106
3	130	130	77	99	121	110	115	57	217	108	110
3	120	120	83	104	110	108	108	48	197	109	105
3	126	126	79	100	125	104	108	45	165	101	103
3	129	129	77	93	118	109	112	53	197	102	106
4	136	136	74	95	125	114	116	86	239	92	115
4	137	137	73	102	124	113	117	57	251	111	114
4	137	137	73	98	116	115	115	75	196	102	112
4	133	133	75	104	127	106	111	70	252	91	113
5	130	130	77	102	111	109	111	79	202	94	110
5	125	125	80	100	115	107	109	64	209	86	107
5	136	136	74	101	119	108	113	75	174	107	111
5	133	133	75	94	131	111	118	69	218	116	114
6	126	126	79	102	112	109	110	51	206	98	106
6	129	129	78	104	118	106	109	70	201	110	111
6	127	127	79	100	113	106	110	57	183	99	106
6	133	133	75	107	118	106	110	87	201	97	113
7	140	140	71	102	133	111	117	101	174	106	117
7	139	139	72	108	126	108	112	80	206	114	116
7	131	131	76	104	116	110	112	97	167	115	114
7	142	142	70	104	127	109	115	110	232	107	120
8	124	124	81	101	117	105	107	81	203	90	109
8	129	129	78	105	117	103	108	105	152	84	109
8	134	134	74	107	117	107	110	103	117	111	110
8	134	134	74	107	127	105	112	117	178	90	115
9	128	128	78	99	117	107	108	84	136	78	104
9	133	133	75	102	113	105	108	89	122	93	106
9	132	132	76	104	119	103	109	77	119	85	104
9	126	126	80	105	119	102	107	84	140	84	105
10	125	125	80	99	114	105	108	107	173	91	110
10	130	130	77	102	119	105	110	95	127	92	107
10	128	128	78	109	128	105	109	70	141	106	108
10	128	128	78	104	121	107	109	100	132	88	108
11	161	161	62	112	139	113	118	46	150	99	109
11	167	167	60	117	133	114	120	77	154	109	116
11	181	181	55	118	149	120	125	57	190	97	117
12	145	145	69	107	133	107	112	209	114	107	120
12	144	144	70	115	124	100	107	60	108	99	104
12	140	140	71	106	131	103	110	61	124	96	105

13	137	137	73	108	147	89	106	43	122	94	100
13	133	133	75	111	147	88	107	140	102	91	110
13	137	137	73	111	146	83	106	71	90	100	102
14	157	157	64	115	133	105	109	78	127	115	112
14	150	150	66	106	146	104	113	97	89	92	108
14	158	158	63	110	139	111	117	75	104	118	111
15	171	171	59	115	129	113	121	79	131	113	115
15	166	166	60	113	126	114	119	87	132	102	114
15	162	162	62	123	128	110	115	89	140	95	114
16	155	155	64	114	134	108	112	75	94	114	109
16	143	143	70	115	125	105	109	84	106	129	110
16	155	155	64	114	134	108	112	75	97	125	110
16	142	142	70	116	121	106	107	69	94	114	105
17	204	204	49	124	129	128	153	95	281	135	137
17	204	204	49	125	136	129	138	58	319	73	124
17	205	205	49	115	139	131	148	49	357	129	130
18	166	166	60	112	130	116	122	77	224	109	120
18	161	161	62	116	118	117	123	82	221	103	119
18	169	169	59	113	112	120	124	38	209	87	108
19	180	180	56	123	120	122	129	97	316	130	133
19	190	190	53	121	133	124	130	88	314	127	133
19	174	174	57	123	117	119	128	100	257	121	128
20	160	160	62	117	150	99	117	61	194	102	115
20	161	161	62	122	156	97	121	82	213	92	119
20	155	155	64	122	144	106	119	100	210	118	124
21	170	170	59	117	114	120	125	80	249	102	121
21	178	178	56	116	115	123	129	73	277	129	126
21	176	176	57	125	117	119	127	72	282	109	124
22	168	168	59	123	122	118	129	82	226	102	122
22	172	172	58	112	125	120	126	84	285	111	126
22	154	154	65	116	117	119	130	95	296	94	124
23	177	177	57	113	150	120	132	108	285	144	136
23	179	179	56	120	139	121	137	123	321	122	137
23	164	164	61	113	126	119	124	73	245	116	122
24	101	101	99	99	96	98	99	100	72	103	96
24	98	98	102	99	100	103	101	97	129	96	102
24	103	103	97	102	105	96	98	106	114	103	103
24	98	98	102	100	99	103	102	97	85	99	98

NOTA: A R2 (peso), R8 (altura na largura máxima) e R12 (altura da pestana), não foram consideradas, pois apresentavam resultados pouco relevantes, valores semelhantes a altura máxima e por não ter sido possível a medição nos pães.

TABELA 5A – Resultados dos cálculos na Triagem.

TRIAGEM	Fase I	Fase I	Fase II	Fase II
Tempo de fermentação	2h	3h	2h	3h
Soma Quadrática do Erro Puro (SQEP)	10683	35276	775	958
Grau de liberdade (G.L)	69	58	56	56
Média Quadrática da falta de ajuste (MQFJ)	574	1622	98	253
<i>t</i>	2,20	2,20	2,22	2,22

TABELA 6A – Dados normalizados da fase III com 15 horas de fermentação.

Ensaio	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R9	R10	R11	R12	R13	Dg
1	91	99	92	109	94	101	102	98	69	111	100	120	98
1	90	98	92	109	103	85	97	92	102	93	100	109	97
1	83	90	92	109	93	94	94	92	77	121	100	91	94
1	89	97	92	109	97	96	96	92	65	137	100	93	95
2	90	104	86	116	101	96	97	94	101	111	100	75	97
2	85	99	86	116	98	93	95	94	92	106	100	109	97
2	84	98	86	116	100	88	93	91	73	87	100	104	93
2	85	99	86	116	94	93	98	93	87	97	100	102	96
3	98	95	103	97	102	101	100	101	88	216	12600	98	157
3	93	90	103	97	96	99	102	102	68	179	6200	100	141
3	104	101	103	97	102	97	101	101	96	166	7200	101	149
3	102	99	103	97	100	104	99	99	57	112	2500	82	124
4	101	97	104	96	99	114	100	103	128	150	3600	111	145
4	102	98	104	96	101	99	105	102	77	173	6300	105	146
4	103	99	104	96	98	91	106	101	67	139	3000	113	133
4	101	97	104	96	100	103	104	101	94	145	2100	111	134
5	95	101	94	107	102	90	101	96	63	122	2500	121	128
5	92	98	94	107	99	90	100	95	47	127	100	122	95
5	91	97	94	107	100	86	98	93	59	110	2800	85	122
5	91	97	94	107	97	94	100	96	53	140	2200	89	122
6	96	97	99	101	97	97	106	100	61	122	2200	110	127
6	92	92	99	101	99	92	100	94	73	87	1700	129	121
6	90	91	99	101	97	95	97	95	69	109	2100	118	124
6	89	90	99	101	103	92	101	95	68	111	2000	127	125
7	96	89	108	93	104	81	101	95	80	121	2100	127	127
7	104	96	108	93	99	96	105	101	70	124	3500	103	133
7	95	88	108	93	97	94	95	95	74	156	2600	87	127
7	102	95	108	93	105	99	95	95	56	88	2100	121	122
8	105	98	107	93	103	104	107	106	113	187	2200	131	144
8	107	100	107	93	104	121	92	101	167	141	4400	145	155
8	103	96	107	93	96	132	85	101	82	148	7400	111	148
8	99	92	107	93	102	115	96	100	98	137	900	130	126
9	97	96	102	98	103	97	101	98	85	118	2400	116	131
9	98	96	102	98	103	94	103	100	109	150	2300	130	137
9	101	100	102	98	104	93	105	101	86	181	2700	109	138
9	102	100	102	98	99	97	104	100	82	114	100	80	98

10	101	100	101	99	103	98	103	99	65	121	3500	132	135
10	100	99	101	99	106	86	102	97	65	90	3200	133	130
10	89	88	101	99	98	91	103	98	85	112	3300	133	133
10	99	98	101	99	104	104	102	99	90	119	2400	104	132
11	100	98	101	99	96	100	102	103	100	167	3500	117	142
11	89	88	101	99	93	95	97	97	58	167	3100	90	127
11	95	93	101	99	96	99	99	98	72	175	2800	117	134
11	100	99	101	99	97	102	103	104	108	203	9000	97	155
12	98	94	104	97	96	104	103	101	569	239	12100	87	182
12	101	98	104	97	97	99	104	104	95	279	10800	130	164
12	106	103	104	97	93	110	103	107	102	308	16100	97	170
12	91	88	104	97	97	88	99	97	102	197	8700	102	149
13	86	93	93	107	97	92	96	95	94	154	2300	92	128
13	91	98	93	107	98	99	95	95	68	179	7100	77	139
13	93	99	93	107	99	98	97	96	101	206	5600	119	148
13	96	103	93	107	97	95	98	97	96	226	2200	106	137
14	95	98	96	104	100	93	100	95	94	159	3400	113	138
14	97	100	96	104	96	101	103	103	134	231	9300	139	165
14	98	101	96	104	97	97	100	100	95	186	4500	106	144
14	95	98	96	104	98	94	106	100	198	178	2800	92	145
15	118	104	113	88	102	104	106	109	103	170	4100	93	147
15	108	95	113	88	105	100	104	101	85	268	11900	73	157
15	106	93	113	88	101	96	104	100	186	177	4900	107	154
15	111	98	113	88	105	109	102	104	47	135	3100	102	131
16	133	102	131	76	111	127	107	111	114	200	10100	121	171
16	130	99	131	76	108	112	112	109	95	213	2900	80	145
16	116	88	131	76	96	122	109	112	107	192	9800	124	164
16	106	81	131	76	100	100	108	102	91	167	3000	116	139
17	128	108	119	84	110	104	117	113	110	200	5300	130	161
17	112	94	119	84	99	100	114	109	87	174	3700	114	145
17	115	96	119	84	105	99	112	106	179	175	4100	128	157
17	114	96	119	84	108	96	110	105	75	177	2300	121	138
18	100	84	119	84	102	93	104	99	147	137	1200	125	131
18	127	107	119	84	108	110	110	111	106	255	10900	94	169
18	116	98	119	84	99	97	114	109	89	196	4900	118	151
18	124	104	119	84	105	110	111	107	69	195	3800	102	146
19	71	99	72	139	103	80	102	91	85	51	100	152	92
19	72	100	72	139	107	75	98	88	115	41	100	110	89
19	72	100	72	139	102	70	101	90	132	49	100	136	93
19	73	102	72	139	103	95	97	92	89	41	100	147	92
20	121	100	121	83	105	104	110	106	76	120	3000	107	137
20	117	97	121	83	96	105	113	111	82	203	10400	123	161
20	114	95	121	83	98	97	110	105	92	147	6500	114	149
20	120	99	121	83	103	109	112	107	63	140	900	118	125
21	99	103	96	104	97	97	106	102	88	161	3200	105	138
21	101	105	96	104	100	98	102	100	95	124	2300	81	130

21	95	98	96	104	88	104	102	102	94	133	100	88	100
21	99	103	96	104	94	99	103	116	91	137	100	93	102
22	117	101	116	86	97	108	110	109	100	252	11600	105	167
22	120	103	116	86	97	110	106	108	95	218	9700	107	162
22	118	102	116	86	95	106	110	113	122	263	11000	116	171
22	114	98	116	86	104	121	102	104	56	169	3400	105	139
23	112	104	108	93	93	112	107	108	103	187	4700	121	152
23	103	96	108	93	93	104	107	104	75	195	4700	104	143
23	110	102	108	93	101	105	102	103	76	162	3400	116	141
23	104	97	108	93	101	98	98	98	104	174	3200	81	137
24	116	100	116	86	99	98	107	105	100	210	3800	137	151
24	118	102	116	86	95	118	113	110	85	174	4200	137	151
24	114	99	116	86	96	102	107	105	93	181	2200	131	141
24	112	97	116	86	100	106	108	104	104	223	4400	122	153
25	114	101	113	89	97	112	115	113	115	360	12900	122	179
25	106	94	113	89	90	107	111	109	249	283	7600	77	167
25	108	96	113	89	102	104	105	104	122	281	12900	76	165
25	97	86	113	89	95	99	106	105	178	252	9700	95	163
26	99	99	100	100	97	99	98	98	75	95	100	92	96
26	105	105	100	100	101	100	99	100	138	90	100	103	103
26	98	98	100	100	102	100	99	98	68	118	100	103	98
26	97	97	100	100	100	102	103	104	119	98	100	103	102

NOTA: A R8 (altura na largura máxima) não foi considerada, pois apresentava valores semelhantes a altura máxima.

TABELA 7A – Anova da fase III (PÓS TRIAGEM)

		R1	R3	R4	R5	R6	R7	R9	R10	R11	R12	R13
SQ	R	9897	12560	13362	672	5701	980	1981	52682	231980	680680000	9302
	r	5664	2694	2589	1106	4009	2297	1623	274560	99301	687470000	22148
	T	15560	15254	15951	1779	9710	3278	3604	327240	331280	1368200000	31449
	EP	2036	0	0	909	3421	848	809	222500	66877	476040000	16828
	FaJ	3628	2694	2589	197	588	1449	814	52061	32424	211430000	5320
MQ	R	707	897	954	48	407	70	142	3763	16570	48620000	664
	r	67	32	30	13	47	27	19	3230	1168	8087900	261
	T	157	154	161	18	98	33	36	3305	3346	13820000	318
	EP	27	0	0	12	46	11	11	2967	892	6347200	224
	FaJ	363	269	259	20	59	145	81	5206	3242	21143000	532
R	F cal	10.61	28.31	31.34	3.69	8.63	2.59	7.41	1.17	14.18	6.01	2.55
	F tab	1.99	1.99	1.99	1.99	1.99	1.99	1.99	1.99	1.99	1.99	1.99
	p valor	0.19	0.07	0.06	0.54	0.23	0.77	0.27	1.71	0.14	0.33	0.78
EP	F cal	13.36	33122000	719050000	1.63	1.29	12.82	7.54	1.75	3.64	3.33	2.37
	F tab	2.26	2.26	2.26	2.26	2.26	2.26	2.26	2.26	2.26	2.26	2.26
	p valor	5.91	14641499	317854301	0.72	0.57	5.67	3.33	0.78	1.61	1.47	1.05
	R2	0.64	0.82	0.84	0.38	0.59	0.30	0.55	0.16	0.70	0.50	0.30
	R2 max	0.87	1.00	1.00	0.49	0.65	0.74	0.78	0.32	0.80	0.65	0.46
	r	0.80	0.91	0.92	0.61	0.77	0.55	0.74	0.40	0.84	0.71	0.54
	r max	0.93	1.00	1.00	0.70	0.80	0.86	0.88	0.57	0.89	0.81	0.68
	R2 ajustado	0.58	0.79	0.81	0.28	0.52	0.18	0.48	0.02	0.65	0.41	0.18
g.l.	R	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14	14
	r	85	85	85	85	85	85	85	85	85	85	85
	T	99	99	99	99	99	99	99	99	99	99	99
	EP	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75
	FaJ	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10

NOTA: A R2 (peso) e R8 (altura na largura máxima) não foram consideradas, pois apresentavam valores pouco relevantes e semelhantes a altura máxima consecutivamente.

TABELA 8A – Dados de Mixolab do Gráfico standard do protocolo Chopin+

	Parâmetros	Farinha de trigo	40mg/kg de ADA	Produtos triados
	Absorção (%)	60,9	60,9	60,9
	Estabilidade (Nm)	11,8	11,8	10,9
	Amplitude (Nm)	0,09	0,06	0,09
C1	Tempo (min.)	1,47	9,88	1,7
	Torque (Nm)	1,07	1,087	1,1
	Temp. °C	30,1	34,2	31,2
Cs	Tempo (min.)	8	8	8
	Torque (Nm)	1,007	1,009	1,094
	Temp. °C	31,4	32,6	32,6
C2	Tempo (min.)	16,58	16,48	16,42
	Torque (Nm)	0,549	0,593	0,507
	Temp. °C	51,5	51,6	51,5
C3	Tempo (min.)	23,33	23,37	23,37
	Torque (Nm)	2,066	2,163	2,084
	Temp. °C	75,6	75,7	75,5
C4	Tempo (min.)	31,37	29,12	27,72
	Torque (Nm)	1,843	2,028	1,96
	Temp. °C	84,8	84,1	82,8
C5	Tempo (min.)	45,02	45,02	45,02
	Torque (Nm)	2,897	3,292	3,119
	Temp. °C	60,9	61,3	61,1
	A (Nm/min.)	-0,028	-0,008	-0,092
	β (Nm/min.)	0,49	0,516	0,448
	γ (Nm/min.)	-0,002	-0,054	-0,076

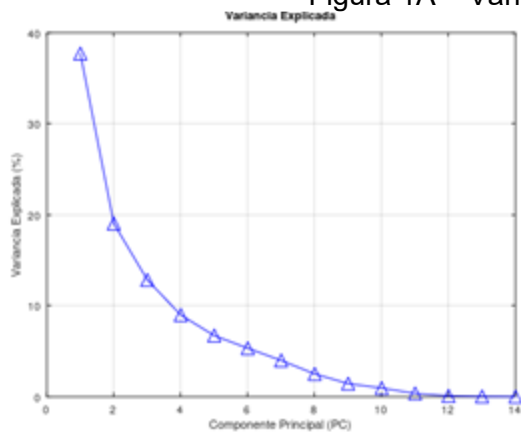
TABELA 9A – Dados de Alveografia

Parâmetros	Farinha de trigo	40mg/kg de ADA	Produtos triados
P (mmH ₂ O)	108	135	131
L (mm)	89	59	75
G	20,9	17,1	19,2
W 10 ⁻⁴ J	321	307	365
P/L	1,21	2,29	1,75
le %	57,3	57,1	61,1

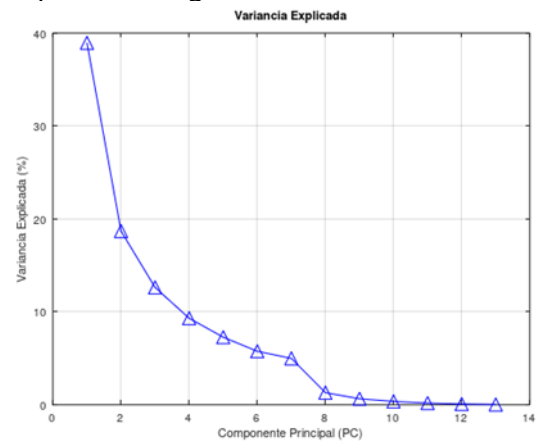
TABELA 10A – Dados de Reofermentografia

Desenvolvimento da massa			
Parâmetros	Farinha de trigo	40mg/kg de ADA	Produtos triados
Hm (mm)	41,1	34,9	41,8
H (mm)	41,1	34,9	41,8
(Hm-h)/Hm	0	0	0
T1 (h:mn:s)	03:00:00	03:00:00	03:00:00
Desenvolvimento gasoso			
H'm (mm)	51	43,9	44,3
T'1 (h:mn:s)	01:15:00	01:06:00	01:12:00
Tx (h:mn:s)	01:13:50	00:58:30	01:06:00
Volume Total de CO ₂ (ml)	1158	990	1011
Volume de CO ₂ perdido (ml)	153	103	93
Volume retido (ml)	1004	887	918
Coeficiente de retenção (%)	86,8	89,6	90,8

Figura 1A – Variância explicada, triagem fase I

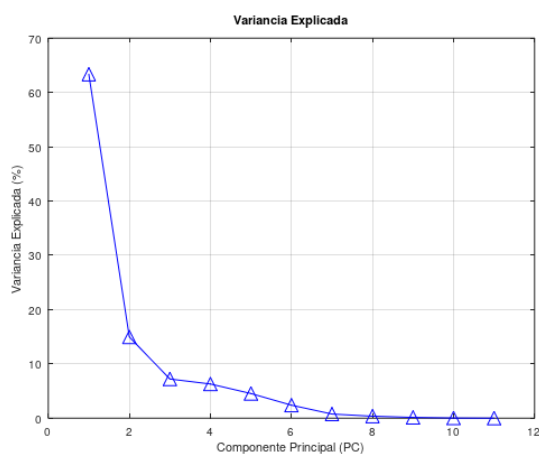


(1) 2h de fermentação

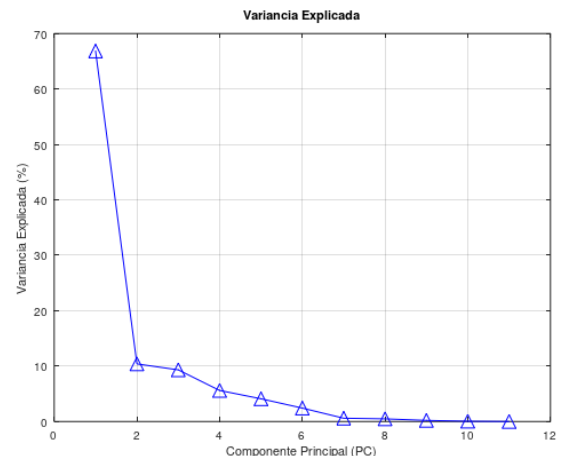


(2) 3h de fermentação

Figura 2A – Variância explicada, triagem fase II

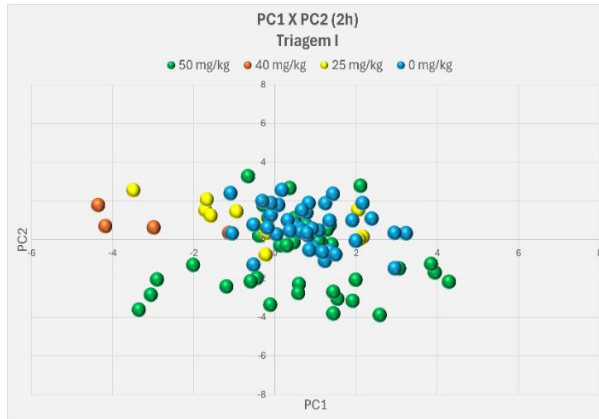


(1) 2h de fermentação

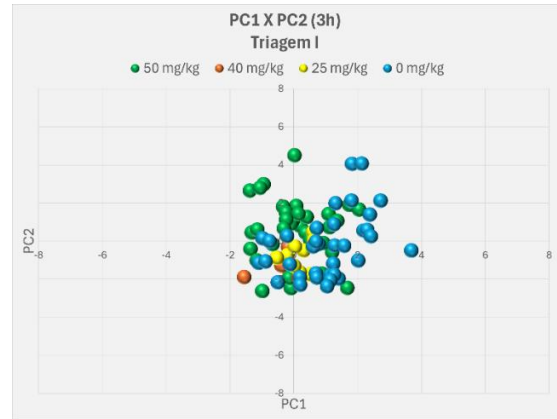


(2) 3h de fermentação

Figura 3A – Scores da PCA na fase I.

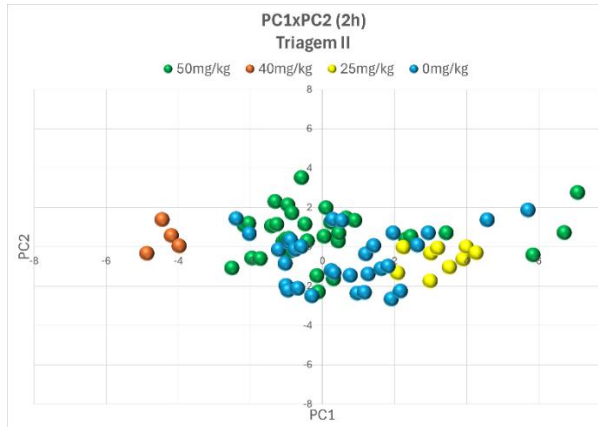


(1) 2h de fermentação

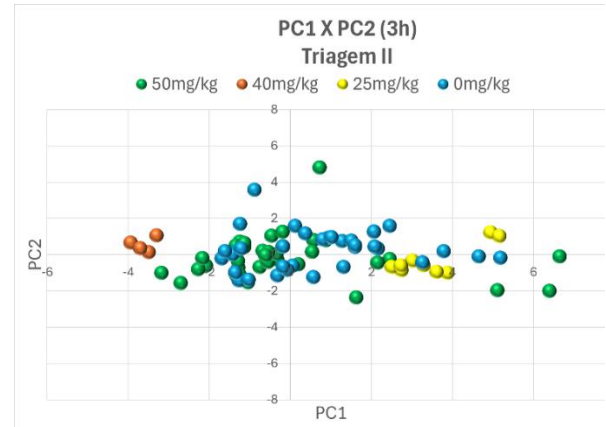


(2) 3h de fermentação

Figura 4A – Scores da PCA na fase II.

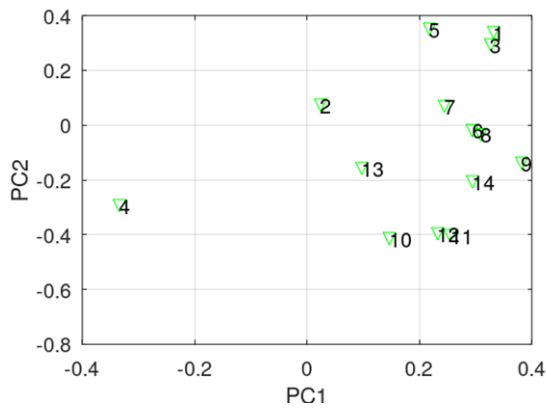


(1) 2h de fermentação

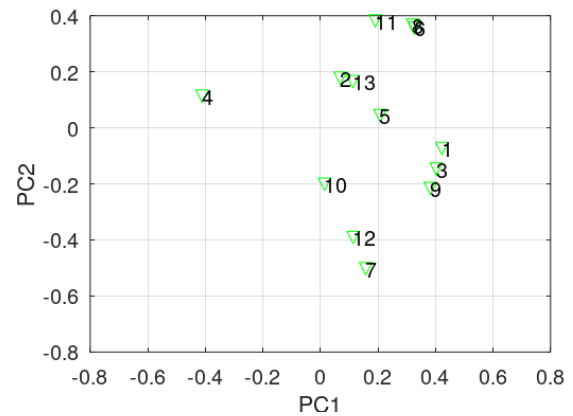


(2) 3h de fermentação

Figura 5A – Loadings da PCA na fase I.



(1) 2h de fermentação



(2) 3h de fermentação

Figura 6A – Loadings da PCA na fase II.

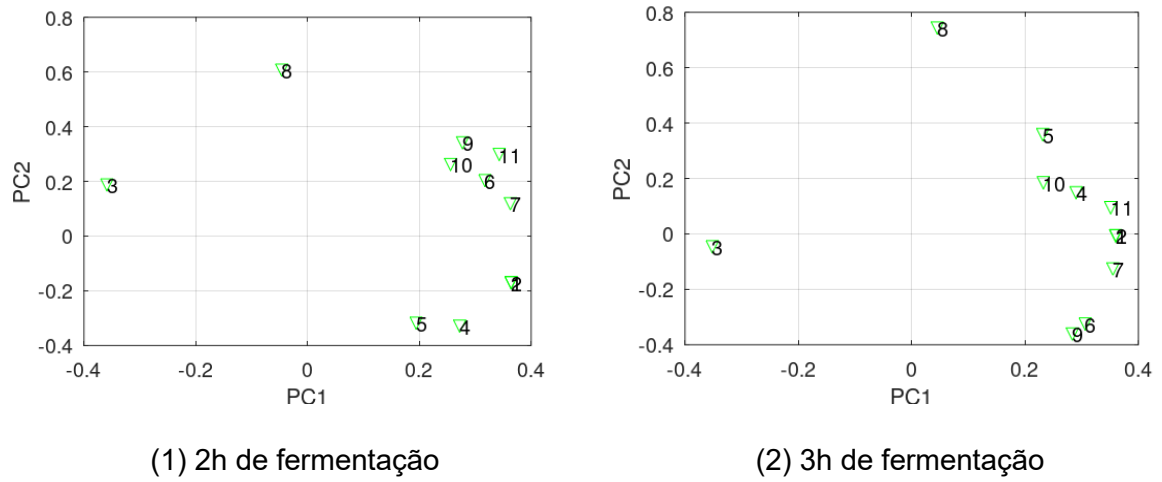
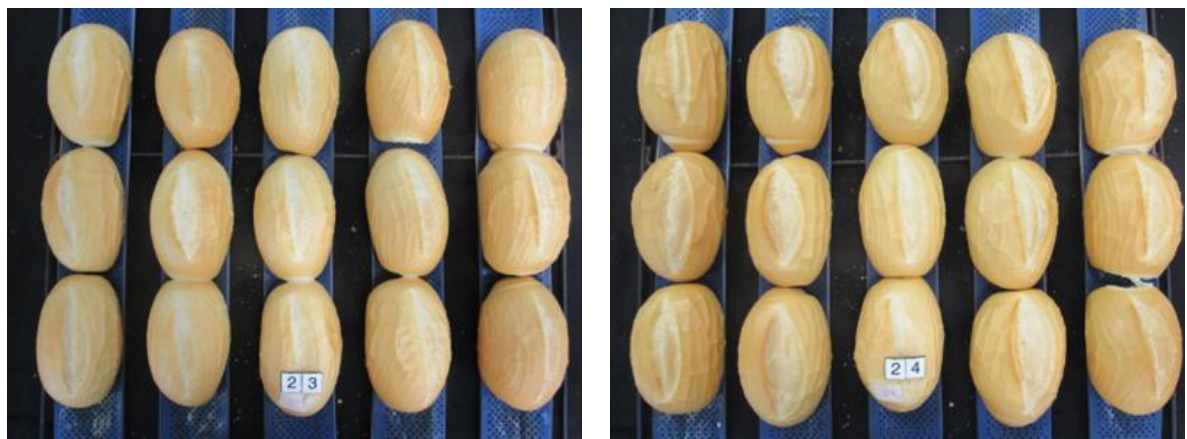


Figura 7A – Pães referência, Fase III



Nota: Pães da fase III contendo 40mg/kg de ADA.

Figura 8A – Pães variável EOE1 da Pós triagem (Fase III)



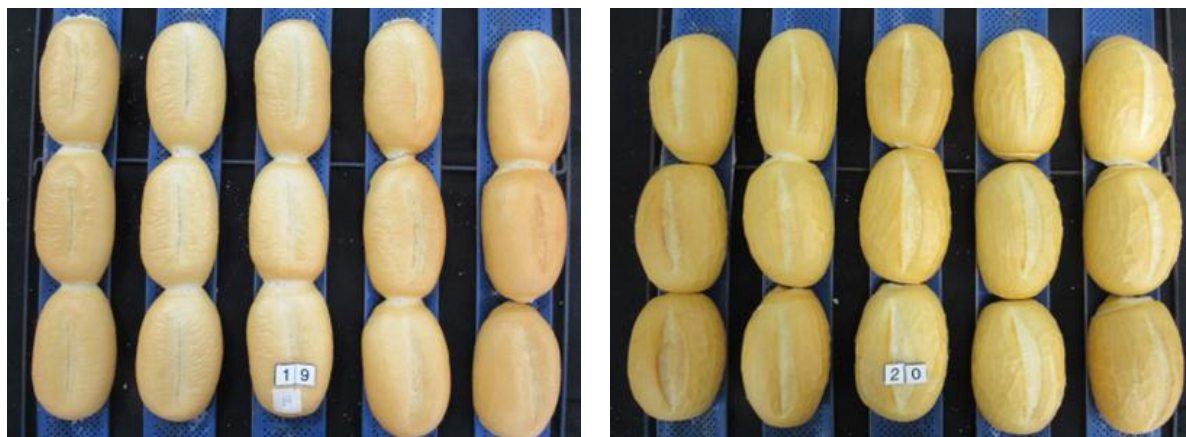
a) Nota: a) nível -2 da EOE1, b) nível +2 da EOE1

Figura 9A – Pães variável EOE8 da Pós triagem (Fase III)



a) b)
Nota: a) nível -2 da EOE8, b) nível +2 da EOE8

Figura 10A – Pães variável N1 da Pós triagem (Fase III)



a) b)
Nota: a) nível -2 da N1, b) nível +2 da N1

Figura 11A – Pães variável N3 da Pós triagem (Fase III)



a) b)
Nota: a) nível -2 da N3, b) nível +2 da N3