**Universidade de São Paulo
Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”**

**Distribuição de desoxinivalenol nas frações de trigo obtidas no
processo de moagem**

Bruna Belluco

Dissertação apresentada para obtenção do título de
Mestra em Ciências. Área de concentração: Ciência
e Tecnologia de Alimentos

**Piracicaba
2014**

Bruna Belluco
Nutricionista

Distribuição de desoxinivalenol nas frações de trigo obtidas no processo de moagem

Orientador:
Dra. **MARIA ANTONIA CALORI DOMINGUES**

Dissertação apresentada para obtenção do título de
Mestra em Ciências. Área de concentração: Ciência
e Tecnologia de Alimentos

Piracicaba
2014

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação
DIVISÃO DE BIBLIOTECA - DIBD/ESALQ/USP**

Belluco, Bruna

Distribuição de desoxinivalenol nas frações de trigo obtidas no processo de moagem / Bruna Belluco. - - Piracicaba, 2014.
98 p: il.

Dissertação (Mestrado) - - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", 2014.

1. Desoxinivalenol 2. Trigo 3. Moagem experimental 4. Distribuição 5. Farinha
6. Farelo I. Título

CDD 664.722
B449d

"Permitida a cópia total ou parcial deste documento, desde que citada a fonte - O autor"

***À minha família,
em especial a minha mãe Maria Lucia,
minha irmã Sabrina e meu namorado Wagner***

Dedico

AGRADECIMENTOS

À Dra. Maria Antonia Calori Domingues, pela orientação, amizade, dedicação e confiança ao longo deste período, o meu sincero agradecimento.

Aos membros da banca examinadora: Profa. Dra. Célia Maria de Sylos, Profa. Dra. Silene Bruder Silveira Sarmento, Profa. Dra. Solange Guidolin Canniatti Brazaca, Profa. Dra. Sandra Helena da Cruz e Dra. Alessandra de Cássia Romero, pela disponibilidade e valiosas sugestões dadas ao trabalho.

À empresa Bunge Brasil pela concessão das amostras de trigo, sem as quais não seria possível a realização deste trabalho, e aos seus funcionários, Sr. Roger Mizushima, Tiago Vilmes e especialmente a Jaqueline Silveira do laboratório do trigo P&D, por todo cuidado com o preparo e envio das amostras, atenção e disponibilidade em elucidar minhas dúvidas durante toda a pesquisa.

Aos funcionários, alunos e estagiários do Laboratório de Micotoxinas e Micologia (LABMIC) do Departamento de Agroindústria, Alimentos e Nutrição da ESALQ/USP, em especial a Ivani V. Zambello, Eduardo M. da Glória, Mariana Nardin, Mirella Stein, Fernanda Gregório, Marina Chignoli, Gisele Luz e Jaqueline Barduco.

Ao Prof. Dr. Carlos Tadeu Santos Dias do Departamento de Ciências Exatas da ESALQ/USP, pelo auxílio na análise estatística.

À técnica do laboratório de Produtos Amiláceos Carlota B. dos Anjos e ao Ms. Manoel D. Matta Jr., pelo auxílio durante a análise de cinza.

Aos amigos, em especial, Carolina Fiori, Adriana Figueiredo, Anirene Galvão, Paulo Berni e Yemina Diaz.

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

À Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz” pela oportunidade da realização do mestrado.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES, pela bolsa concedida.

E a todos aqueles que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho, o meu muito obrigada.

SUMÁRIO

RESUMO	9
ABSTRACT	11
1 INTRODUÇÃO	13
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	17
2.1 Caracterização do trigo	17
2.2 Classificação dos grãos de trigo e da farinha de trigo no Brasil	19
2.3 Qualidade tecnológica do trigo	20
2.3.1 Peso do hectolitro (PH)	21
2.3.2 Teor de cinza.....	22
2.4 Presença de fungos na cultura do trigo.....	23
2.5 Caracterização e efeitos tóxicos do desoxinivalenol	24
2.6 Legislação para DON	26
2.7 Ocorrência de DON em trigo e/ou produtos de trigo	27
2.8 Processamento do trigo	29
2.9 Distribuição de DON no processo de moagem do trigo	33
3 MATERIAL E MÉTODOS	35
3.1 Obtenção das amostras	35
3.2 Processamento dos grãos de trigo.....	35
3.2.1 Limpeza.....	35
3.2.2 Condicionamento	36
3.2.3 Moagem experimental.....	36
3.3 Avaliação da qualidade dos grãos e da farinha de trigo.....	38
3.3.1 Teor de umidade	38
3.3.2 Teor de cinza.....	38
3.3.3 Peso do hectolitro (PH)	38
3.3.4 Rendimento de extração de farinha	38
3.4 Determinação da concentração de desoxinivalenol (DON)	39
3.4.1 Extração e purificação de DON	39
3.4.2 Condições cromatográficas	39
3.4.3 Curva de calibração	40
3.4.4 Controle de qualidade analítica	41

3.4.4.1 Teste de recuperação (Exatidão).....	41
3.4.4.2 Limite de detecção (LD).....	43
3.4.4.3 Limite de quantificação (LQ).....	43
3.4.4.4 Análise de material de referência.....	43
3.4.4.5 Confirmação da identidade de DON.....	43
3.5 Cálculos para estimativa da concentração de DON.....	44
3.6 Análise estatística.....	45
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	47
4.1 Quantificação de DON.....	47
4.1.1 Curva de calibração.....	47
4.1.2 Controle de qualidade analítica.....	48
4.1.2.1 Teste de recuperação de DON em matriz de grãos de trigo.....	48
4.1.2.2 Teste de recuperação de DON em matriz de farelo e farinha de trigo.....	48
4.1.2.3 Limite de detecção (LD).....	49
4.1.2.4 Limite de quantificação (LQ).....	49
4.1.2.5 Análise do material de referência.....	50
4.1.3 Confirmação da identidade de DON.....	51
4.2 Avaliação da qualidade tecnológica dos grãos e farinha de trigo.....	52
4.2.1 Teor de umidade nos grãos.....	52
4.2.2 Teor de cinza nos grãos.....	53
4.2.3 Peso do hectolitro (PH).....	53
4.2.4 Teor de umidade na farinha.....	54
4.2.5 Teor de cinza na farinha.....	54
4.2.6 Rendimento de extração de farinha.....	55
4.3 Moagem experimental.....	56
4.4 Distribuição de DON nas frações da moagem.....	58
4.5 Efeito do processo de limpeza na concentração de DON em trigo.....	65
5 CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	69
6 CONCLUSÕES.....	71
REFERÊNCIAS.....	73
APÊNDICES.....	87
ANEXOS.....	95

RESUMO

Distribuição de desoxinivalenol nas frações de trigo obtidas no processo de moagem

A presença de desoxinivalenol (DON) em produtos da moagem de trigo tem sido estudada, evidenciando que a contaminação ocorre em todas as frações. No Brasil, os limites máximos toleráveis (LMT) para DON em cereais e produtos de cereais são regulamentados pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária - ANVISA. O entendimento da distribuição de DON nas frações da moagem do trigo é importante, pois pode fornecer base técnica para o gerenciamento desta contaminação e subsídios para as agências regulamentadoras no estabelecimento e ou revisão dos LMT. Este estudo teve como objetivo principal avaliar a distribuição de DON entre as frações obtidas da moagem experimental de grãos de trigo naturalmente contaminados. Trinta amostras de grãos de trigo (3-4 kg), naturalmente contaminadas com DON em concentrações que variaram de 350 a 4.150 $\mu\text{g.kg}^{-1}$, passaram por processo de limpeza (Labofix Brabender), seguido de condicionamento e moagem experimental (Brabender Quadrumat Senior). Quatro frações foram obtidas, de acordo com o tamanho das partículas: farelo ($\geq 530 \mu\text{m}$), farelinho (≥ 195 e $\leq 529 \mu\text{m}$), farinha de quebra ($\leq 154 \mu\text{m}$) e farinha de redução (≥ 155 e $\leq 194 \mu\text{m}$). As frações e o resíduo de limpeza foram avaliados quanto ao percentual obtido e concentração de DON. O DON foi extraído com H_2O destilada, seguido de purificação em coluna de imunoafinidade e detecção/quantificação empregando cromatografia líquida de alta eficiência e detector de arranjo de diodos (UV-DAD). O percentual médio de resíduo de limpeza foi de 15,9% (6,9 a 23,2%). A redução média de DON nos grãos limpos foi 22,5% de (5,5 a 37,3%). A moagem experimental do trigo produziu em média 28,5% de farelo, 5,8% de farelinho, 27,9% de farinha de quebra, 37,8% de farinha de redução, totalizando 65,7% de farinha. As concentrações de DON verificadas no farelo e farelinho foram significativamente maiores quando comparadas com as farinhas ($p \leq 0,05$), as quais não diferiram entre si. A concentração relativa (CRel) de DON (relação entre a concentração da fração e do grão) indicou que a concentração de DON foi, em média, 73% maior no farelo e 35% maior no farelinho, comparada à concentração inicial nos grãos limpos. Na farinha de quebra, farinha de redução e farinha total a CRel foi em média 24%, 38% e 33% menor que nos grãos limpos, respectivamente. De acordo com os LMT para DON em farelo (2.000 $\mu\text{g.kg}^{-1}$) e farinha de trigo (1.750 $\mu\text{g.kg}^{-1}$), em vigência no Brasil, das 30 amostras avaliadas, 15 amostras de farelo (50%) e 1 amostra de farinha (3%) encontravam-se acima dos LMT. Considerando os LMT previstos pela legislação para 2017 (1.000 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ para farelo e 750 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ para farinha), 22 amostras de farelo (73%) e 16 amostras de farinha (53%) estariam acima dos LMT. Os resultados observados neste estudo demonstraram que a moagem experimental de grãos de trigo com contaminação igual a 3.000 $\mu\text{g.kg}^{-1}$, que será o LMT para grãos para posterior processamento em 2017, poderá acarretar a produção de farelos e farinhas com contaminação acima dos LMT previstos nesta mesma legislação.

Palavras-chave: Desoxinivalenol; Trigo; Moagem experimental; Distribuição; Farinha; Farelo

ABSTRACT

Fate of deoxynivalenol in milled streams of wheat

The presence of deoxynivalenol (DON) in wheat milling products has been studied, showing that the contamination occurs in all streams. In Brazil, the maximum tolerable limits (MLT) for DON in cereals and cereal products are regulated by Agência Nacional de Vigilância Sanitária – ANVISA. The knowledge of DON distribution in wheat milling streams is important to provide the technical basis for the management of this contamination and could assist regulatory agencies to establish or review MTL. The main purpose of this study was to evaluate the fate of DON among experimental milling streams of naturally DON contaminated wheat kernels. Thirty wheat samples (3-4 kg), naturally DON contaminated ($350\text{--}4.150\text{ }\mu\text{g.kg}^{-1}$) were cleaned (Labofix Brabender), conditioned and milled (Brabender Senior Quadrumat mill). Four milled streams were obtained, according to the particle size: bran ($\geq 530\text{ }\mu\text{m}$), shorts ($\geq 195\text{ e } \leq 529\text{ }\mu\text{m}$), break flour ($\leq 154\text{ }\mu\text{m}$) and reduction flour ($\geq 155\text{ e } \leq 194\text{ }\mu\text{m}$). The streams and the screenings were evaluated for percentage and DON contents. DON analysis was performed with distilled H_2O as extraction solvent, immunoaffinity column for cleanup and HPLC/diode array detector. The mean screening percentage obtained was 15,9% (6,9 to 23,2%). The mean reduction of DON in the cleaned wheat was 22,5% (5,5 to 37,3%). In the experimental milling of wheat it was obtained 28,5% of bran, 5,8% of shorts, 27,9% of break flour, and 37,8% of reduction flour, totaling 65,7% of flour. DON concentration obtained in bran and shorts were significantly higher when compared with the flours ($p \leq 0,05$), which did not differ from each other. The Relative Concentration (RConc) of DON (ratio between stream and cleaned wheat concentration) indicated that DON concentration was, on average, 73% higher in bran and 35% higher in shorts, compared to the initial concentration of the cleaned wheat, whereas in the break flour, reduction flour and total flour it was 24%, 38% and 33%, respectively, lower than the cleaned wheat. According to MTL for DON in bran ($2.000\text{ }\mu\text{g.kg}^{-1}$) and wheat flour ($1.750\text{ }\mu\text{g.kg}^{-1}$), in force in Brazil, the 30 samples evaluated, 15 samples of bran (50%) and 1 sample of flour (3%) were above the MTL. Considering the MTL provided in the legislation for 2017 ($1.000\text{ }\mu\text{g.kg}^{-1}$ for bran and $750\text{ }\mu\text{g.kg}^{-1}$ for flour), 22 samples of bran (73%) and 16 samples of flour (53%) were above the MTL. The results of this study demonstrate that the experimental milling of wheat kernel contaminated at level of $3.000\text{ }\mu\text{g.kg}^{-1}$ of DON, which will be the MTL for wheat kernels for further processing in 2017, may result in bran and flour contamination above the MTL provided in the same legislation.

Keywords: Deoxynivalenol; Wheat streams; Experimental milling; Distribution; Flour; Bran

1 INTRODUÇÃO

O trigo é considerado um dos cereais de maior importância no mundo, desempenhando papel sócio-econômico e nutricional de destaque na alimentação humana. É uma das principais fontes de carboidratos (amido), proteína, minerais, gordura, vitaminas e fibra (ATWELL, 2001; FERREIRA, 2003; WRIGLEY, 2009).

Seu consumo pode ser realizado na forma *in natura* como trigo integral, ou através do principal produto de sua moagem, a farinha de trigo, que é amplamente empregada na indústria alimentícia, para a produção de pães, massas alimentícias, bolos, cereais matinais, biscoitos; bem como seus subprodutos, farelo, farelinho e gérmen de trigo, que podem ser utilizados tanto para consumo humano, como para produção de ração animal.

A inocuidade do grão de trigo pode ser afetada por diversos perigos, dentre eles, os insetos, resíduos químicos e as micotoxinas. Fungos do gênero *Fusarium* são os responsáveis por uma das principais doenças que afetam o trigo, denominada fusariose ou giberela. Esta doença ocorre de forma generalizada em todo mundo, sendo no Brasil considerada a principal doença nas regiões tritícolas. As condições climáticas que prevalecem em algumas das sub-regiões de produção de trigo são propícias para a infecção do fungo, principalmente quando coincidem com o período de antese (florescimento), onde a susceptibilidade à infecção é maior (DEL PONTE et al., 2004).

Além de reduzir a produtividade, a fusariose afeta a qualidade dos grãos de trigo, principalmente, pela presença de micotoxinas nos grãos infectados com espécies do complexo *Fusarium graminearum*, que são responsáveis pela produção de tricotecenos em trigo. A micotoxina desoxinivalenol (DON) é a mais prevalente entre os tricotecenos em culturas de grãos utilizados para consumo e tem gerado preocupações crescentes devido ao seu potencial em causar efeitos adversos sobre a saúde humana e animal (BOTTALICO; PERRONE, 2002; LARSEN et al., 2004; MILLER, 1995).

No Brasil a Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) através da RDC nº 7 de 2011 (BRASIL, 2011), estabelece os limites máximos tolerados (LMT) para DON em grãos de trigo e seus produtos, propondo a partir de 2012 os LMT de 2.000 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ para farelo e 1.750 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ para farinha, e prevendo para 2017, por meio da RDC nº 59 de 2013 (BRASIL, 2013), o LMT de DON em grãos de trigo para

posterior processamento de $3.000 \mu\text{g.kg}^{-1}$, bem como a redução dos LMT em farelo para $1.000 \mu\text{g.kg}^{-1}$ e farinha para $750 \mu\text{g.kg}^{-1}$.

Estudos sobre a distribuição de DON entre os produtos da moagem de trigo mostram que todas as frações apresentam contaminação. Processos eficazes para remoção ou eliminação de DON são essenciais para minimizar a exposição dos consumidores de trigo, sendo a realização do processo de limpeza dos grãos antes da moagem uma alternativa para redução da concentração de DON nos produtos da moagem (CHELI et al., 2013; KUSHIRO, 2008).

Assim como ocorre no processo de limpeza dos grãos, o processo de moagem não decompõe o DON, havendo, no entanto, redistribuição e concentração de DON em certas frações da moagem, principalmente para os produtos de moagem destinados a alimentação animal, como o farelo e farelinho (CHELI et al., 2013; SCUDAMORE, 2008).

Concentrações elevadas de DON têm sido relacionadas às frações de farelo e farelinho se comparadas à farinha, a qual tem apresentado as menores concentrações (CHELI et al., 2013; EDWARDS et al., 2011; KUSHIRO, 2008; LANCOVA et al., 2008; NISHIO et al., 2010; TRIGO-STOCKLI et al., 1996). O DON tem se mostrado estável durante o processo de moagem e em produtos processados como pães e biscoitos, onde sua concentração inicial na farinha de trigo praticamente não é afetada (ISRAEL-ROMING; AVRAM, 2010; KAMIMURA, 1989; LANCOVA et al., 2008).

A moagem experimental de grãos de trigo vem sendo utilizada para avaliar a distribuição de DON nos produtos da moagem e tem por objetivo simular o processo de moagem comercial, a fim de obter informações técnicas sobre o grão e prever como será seu desempenho durante processo e o rendimento de farinha (POSNER; HIBBS, 1997).

O conhecimento da distribuição de DON durante o processamento (moagem) de grãos de trigo, por meio de estudos de moagem experimental, poderá fornecer base técnica para o gerenciamento da contaminação, minimizar a exposição humana e animal ao DON e dar subsídios para as agências regulamentadoras no estabelecimento e ou revisão dos LMT.

Dessa forma, o objetivo geral deste trabalho foi avaliar a distribuição de DON nas frações (farelo, farelinho, farinha de quebra e farinha de redução) obtidas da moagem experimental de grãos de trigo naturalmente contaminados. Os objetivos

específicos, por sua vez envolveram medir a proporção de cada fração obtida na moagem experimental, estimar a concentração de DON nos grãos limpos e nos grãos em seu estado original e verificar o efeito do processo de limpeza na concentração de DON nos grãos de trigo.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Caracterização do trigo

O trigo foi uma das primeiras culturas agrícolas cultivadas para o consumo humano (ATWELL, 2001). É considerado um dos grãos de maior importância no mundo, com base no volume de produção anual, que está estimado em cerca de 707 milhões de toneladas, ocupando atualmente o segundo lugar na produção mundial de cereais, ficando atrás apenas do milho com cerca de 959 milhões de toneladas (COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO - CONAB, 2013; FAO, 2014).

Além disso, constitui uma das principais fontes de nutrientes na dieta, fornecendo quantidades apreciáveis de carboidratos (amido), proteína, minerais, gordura, vitaminas e fibra (WRIGLEY, 2009). Seu consumo pode ser realizado na forma *in natura* como trigo integral, ou através do principal produto de sua moagem, a farinha de trigo, bem como seus subprodutos, farelo, farelinho e gérmen de trigo. Apresenta grande importância sócio-econômica no Brasil, com destaque para o consumo brasileiro de trigo que nos últimos três anos se manteve em torno de 10,5 milhões de toneladas e com previsão de consumo para 2014 de 11 milhões de toneladas (CONAB, 2014).

Trata-se de uma gramínea de ciclo anual, pertencente à família Poaceae, do gênero *Triticum*, no qual três espécies são comumente cultivadas: *Triticum aestivum* L., *Triticum compactum* L. e *Triticum durum* L. (ATWELL, 2001). Dentre as espécies, o *Triticum aestivum* L. é o mais importante, sendo responsável por mais de 90% da produção mundial de trigo (WRIGLEY, 2009).

Do ponto de vista tecnológico, o grão de trigo pode ser dividido em 3 partes principais, sendo estas, farelo, endosperma e gérmen, os quais representam cerca de 14%, 83% e 3% da composição do grão, respectivamente (ATWELL, 2001). A estrutura do grão de trigo está apresentada na Figura 1.

O farelo é obtido durante a moagem do grão, ao serem removidas juntas as camadas de pericarpo (epiderme, hipoderme, remanescentes da parede celular ou células finas, células intermediárias, células cruzadas e células tubulares), tegumento, tecido nucelar e aleurona. Em sua composição estão presentes altos teores de fibra (20% de celulose), proteína (6%), cinza (2%) e gordura (0,5%)

(ATWELL, 2001; DELCOUR; HOSENEY, 2010). Normalmente é utilizado como ingrediente na fabricação de ração animal, podendo também ser empregado na produção de cereais matinais e alimentos dietéticos como complemento vitamínico e fornecedor de fibras (GUARIENTI, 1996).

Figura 1 – Corte longitudinal de um grão de trigo

Fonte: adaptado de Delcour e Hoseney (2010)

O gérmen representa de 2,5 a 3,5% do grão, constituído por duas partes principais, o eixo embrionário e o escutelo. Em sua composição estão concentrados a maioria dos lipídeos (16% do eixo embrionário e 32% do escutelo) e muitos dos nutrientes essenciais para o grão, como proteína (25%), açúcar (18%), e cinza (5%). Além disso, apresenta elevada concentração de vitaminas do complexo B, vitamina E e enzimas (ATWELL, 2001; DELCOUR; HOSENEY, 2010). Seu consumo é realizado em grande parte pela indústria farmacêutica, onde se extrai o óleo e um rico complexo vitamínico, sendo também utilizado na fabricação de ração animal e como complemento dietético (GUARIENTI, 1996).

O endosperma é o componente majoritário em todos os grãos, composto pelas camadas de aleurona e endosperma amiláceo. A camada de aleurona envolve completamente o grão separando o endosperma amiláceo do farelo, caracterizada pela presença de elevada atividade enzimática, a qual pode exercer efeitos negativos sobre a aceitabilidade da farinha, e assim, são geralmente removidas como parte do farelo durante a moagem (ATWELL, 2001). O endosperma amiláceo apresenta alto teor de amido e moderadamente alto de proteína, que quando reduzido a partículas de tamanhos específicos produz farinha, farina e semolina, sendo a farinha e farina obtidas da moagem de *T. aestivum* L. e a semolina da moagem de *T. durum* L. (DELCOUR; HOSENEY, 2010).

No Brasil, a Instrução Normativa nº 8 de 2005 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) (BRASIL, 2005), define como farinha de trigo o produto obtido da trituração ou moagem de grãos de trigo do gênero *Triticum*, principalmente da espécie *T. aestivum* L., com exceção do *T. durum* L. É um dos principais ingredientes no preparo de pães, massas e biscoitos, estando presente na formulação de vários tipos de alimentos industrializados, bem como, na fabricação de cola (GUARIENTI, 1996).

2.2 Classificação dos grãos de trigo e da farinha de trigo no Brasil

A Instrução Normativa nº 38 de 2010 do MAPA (BRASIL, 2010), estabelece o padrão oficial de classificação do trigo em função dos requisitos de identidade e qualidade, onde o trigo é classificado em Grupos (Grupo I e II), Classes (melhorador, pão, doméstico, básico e outros usos) e Tipos (1, 2, 3, fora de tipo e desclassificado). O requisito de identidade compreende a própria espécie do produto e os requisitos de qualidade são determinados em função da força do glúten, estabilidade, peso do hectolitro, número de queda e os limites máximos de tolerância de defeitos. Os parâmetros de classificação do trigo estão apresentados nos Anexos A, B e C.

A farinha de trigo é classificada pela Instrução Normativa nº 8 de 2005 do MAPA (BRASIL, 2005), em três Tipos (Tipo 1, 2 e integral), de acordo com os limites de tolerância para teor de cinza em base seca, granulometria, teor de proteína em base seca, acidez graxa e umidade. Os parâmetros de classificação da farinha de trigo estão apresentados no Anexo D.

2.3 Qualidade tecnológica do trigo

O conceito de qualidade em trigo está estreitamente relacionado com o destino industrial da farinha produzida, fazendo com que os parâmetros de qualidade variem de acordo com as diversas classes de trigo (BRUNETTA et al., 1997; MANDARINO, 1993) e sejam determinados por uma variedade de características físicas, químicas, enzimáticas, reológicas e do processamento; assim sendo, a qualidade não pode ser avaliada a partir de um único parâmetro ou propriedade (MANDARINO, 1993; RASPER; WALKER, 2000).

Segundo Schroeder (1987) o conceito de qualidade de trigo pode exprimir vários significados dependendo do segmento que o avalia. Dessa forma, para o produtor de trigo corresponde a grãos com boas características agronômicas, como alto potencial de rendimento e elevado peso do hectolitro. Para o responsável pela moagem de trigo no moinho, significa grãos com tamanho e forma uniforme, elevado peso específico, alto rendimento em farinha e baixo teor de cinza. Já para o panificador equivale à farinha com alta capacidade de absorção de água, boa tolerância ao amassamento, com força de glúten de média a forte e alto percentual de proteína, e finalmente para o consumidor indica o trigo com capacidade de produzir pães com volume, textura e coloração adequados e com alto valor nutricional.

A qualidade tecnológica do trigo é resultado de fatores inerentes ao genótipo e sua interação com o ambiente (condições do solo, clima, práticas culturais, incidência de pragas, manejo da cultura e da cultivar), bem como das operações de colheita, secagem, armazenamento e moagem (COSTA et al., 2008; DENCIC; MLADENOV; KOBILJSKI, 2011; FRANCESCHI et al., 2009; GUARIENTI, 1996; GUARIENTI; SANTOS; LHAMBY, 2000; GUTKOSKI; JACOBSEN NETO, 2002; POMERANZ, 1987).

É reconhecido o fato da produtividade e qualidade do trigo variarem em decorrência ao genótipo, ambiente e sua interação. Assim, a consistência na qualidade e desempenho dos grãos e farinha são aspectos fundamentais para a elaboração de produtos finais de alta qualidade (DENCIC; MLADENOV; KOBILJSKI, 2011).

De acordo com Bequette (1989) as condições ambientais exercem influencia sobre o genótipo e outras características dos grãos e farinha, designando o uso

industrial ao qual o trigo estará apto. Para Peterson et al. (1998) as variações na qualidade tecnológica do trigo estão frequentemente associadas ao ambiente, havendo relação significativa da temperatura com a qualidade da proteína e volume do pão.

A fim de avaliar a qualidade e as características dos grãos e farinha de trigo são realizados testes físico-químicos (presença de impurezas, peso do hectolitro, peso de mil grãos, umidade, cinza, proteína, teste de sedimentação e microssedimentação, extração do glúten, dureza dos grãos, número de queda, moagem experimental) e reológicos (alveografia, mixografia, farinografia) (BRASIL, 2010; GUARIENTI, 1996; MANDARINO, 1993).

2.3.1 Peso do hectolitro (PH)

Dentre as características físicas que definem a qualidade do trigo encontra-se o peso do hectolitro (PH) ou peso específico que corresponde a massa expressa em quilogramas equivalente a 100 litros de trigo (kg.hl^{-1}) (BRASIL, 2010).

O PH é um parâmetro importante em todos os sistemas de classificação de trigo, uma vez que, esta medida demonstra indiretamente atributos de qualidade dos grãos, em especial aqueles relacionados com a moagem, fornecendo informações quanto ao rendimento em farinha (GUARIENTI, 1996; MANDARINO, 1993).

No entanto, valores elevados de PH em trigo nem sempre indicam melhor qualidade, uma vez que, esta relação só é significativa quando se realiza a comparação de uma mesma variedade com valores de PH bem heterogêneos (SHELLENBERGER, 1980).

No Brasil, o trigo destinado à moagem e a outras finalidades é classificado em três tipos ou fora de tipo, de acordo com o limite mínimo do peso do hectolitro, que pode variar de menor que 72 a 78 kg.hl^{-1} (BRASIL, 2010), conforme apresentado no Anexo C.

De acordo com Mandarino (1993) quanto maior o PH da amostra de grãos, maior o rendimento. Valores altos de PH são característicos de grãos maduros, não danificados por doenças ou produzidos em condições climáticas adequadas, enquanto que, valores mais baixos de PH ($\leq 37,9 \text{ kg.hl}^{-1}$) normalmente são verificados em grãos que foram acometidos por algum problema durante a lavoura, como doenças e escassez hídrica, acarretando em falhas no enchimento do grão,

comprometimento da qualidade e consequente redução no rendimento de farinha (HALVERSON; ZELENY, 1988).

Na determinação do PH estão relacionadas características intrínsecas e extrínsecas ao grão, que podem influenciar durante a análise, como a disposição dos grãos no recipiente de medida (presença de espaços vazios), a textura do tegumento, o tamanho, o peso, o teor de umidade dos grãos, e o tipo e qualidade de impurezas presentes na amostra (palha, terra e outras matérias estranhas) (GUARIENTI, 1996; MANDARINO, 1993).

2.3.2 Teor de cinza

Entre os testes físico-químicos tem-se a cinza, ou resíduo mineral fixo, que é constituído de material inorgânico, resultante da queima de matéria orgânica, responsável por fornecer o teor de minerais presentes no grão ou farinha de trigo, expresso em porcentagem (MANDARINO, 1993; POSNER; HIBBIS, 1997).

No caso do trigo, os minerais concentram-se nas camadas mais externas do grão e periféricas do endosperma que compõe o farelo, sendo eles o cálcio, o magnésio, os fosfatos de potássio e os sulfatos de potássio (HOSENEY, 1986).

De acordo com Mandarino (1993) os fatores que influenciam o conteúdo de minerais no grão e farinha de trigo são de ordem genética, edafológica (tipo de solo, disponibilidade dos nutrientes e teor de matéria orgânica), climática (insolação e umidade), agronômica (densidade de semeadura, rotação de cultura e adubação), fisiológica (estádio de maturação do grão na colheita e fitossanidade) e tecnológica (armazenamento dos grãos e grau de extração da farinha).

Para as indústrias que processam trigo, a determinação do teor de cinza tem grande importância no controle do processo de moagem, uma vez que, está diretamente relacionado com a qualidade da farinha, como sua cor e rendimento de extração, fornecendo indicativos do grau de pureza de uma amostra de farinha com relação à contaminação por farelo (ATWELL, 2001; MANDARINO, 1993; POMERANZ, 1987).

2.4 Presença de fungos na cultura do trigo

A cultura do trigo é afetada por diversas doenças, dentre as quais destaca-se a giberela ou fusariose da espiga. O principal patógeno dessa doença é o *Fusarium graminearum* Schwabe, cuja forma sexuada é o fungo *Gibberella zeae* (Schw.) Petch (BOTTALICO; PERRONE, 2002).

Esta doença ocorre de forma generalizada em todo mundo, sendo responsável por epidemias em várias regiões dos Estados Unidos, leste do Canadá, leste e oeste da Europa, Rússia, China, Argentina e sul do Brasil. Os danos são observados com maior frequência em regiões tritícolas onde o clima é úmido e quente, associado à ocorrência de precipitação (acima de 48 h de molhamento) no estágio da antese (florescimento) do trigo (BOTTALICO; PERRONE, 2002; PARRY; JENKINSON; McLEOD, 1995; SAHARAN et al., 2004; SUTTON, 1982).

O estágio de florescimento é tido como principal local de infecção, com o início do processo de infecção no momento da extrusão das anteras. Uma vez infectado, o trigo produzido apresentará grãos pequenos, danificados e chochos, resultando na queda da produtividade e qualidade dos grãos, e que podem conter micotoxinas (DEL PONTE et al., 2004; PARRY; JENKINSON; McLEOD, 1995). Em contrapartida, é verificado menor ou nenhum impacto na produtividade de grãos para as infecções que eventualmente ocorram tardiamente durante a fase de enchimento de grãos, isso se deve a dificuldade de eliminação desses grãos dos lotes, levando a contribuir para a concentração final de micotoxinas (DEL PONTE, FERNANDES; BERGSTROM, 2007; DEL PONTE et al., 2004).

No Brasil, a Giberela alcança o status de principal doença nas regiões tritícolas, afetando principalmente a produção de trigo nos estados do Paraná e Rio Grande de Sul, que concentram cerca de 91% da produção nacional (CONAB, 2014). Nessas regiões verifica-se que a prática de manutenção dos resíduos culturais na superfície do solo pode contribuir para o aumento na densidade de inóculo no ar e a sobrevivência do patógeno entre as estações de cultivo (PANISSON; REIS; BOLLER, 2002; SCHAAFSMA; TAMBURIC-ILINCIC; HOOKER, 2005).

Contudo, a qualidade dos grãos de trigo é afetada, principalmente, pela presença de micotoxinas nos grãos infectados com *Fusarium* spp., que podem

causar efeitos tóxicos aos seres humanos e animais (BOTTALICO; PERRONE, 2002; MILLER, 1995).

Os tricotecenos são micotoxinas produzidas por diferentes gêneros de fungos, conhecidos como patógenos de plantas produtoras de grãos, sendo eles *Fusarium*, *Trichoderma*, *Myrothecium*, *Stachybotrys*, *Cylindrocarpon* e *Trichothecium*. Dentre eles, as espécies do gênero *Fusarium* estão frequentemente relacionadas com a ocorrência de tricotecenos em cereais e seus derivados, com predominância em grãos de trigo, milho, aveia e cevada e com menos frequência em arroz, sorgo e triticale, permitindo a contaminação da planta ou dos grãos no período pré e pós-colheita (SCOTT, 1990; UENO, 1983). A micotoxina desoxinivalenol (DON) é a mais prevalente entre os tricotecenos em culturas de grãos utilizados para consumo (LARSEN et al., 2004; MURPHY et al., 2006).

2.5 Caracterização e efeitos tóxicos do desoxinivalenol

O desoxinivalenol (DON), também conhecido como vomitoxina, é uma micotoxina pertencente ao grupo B dos tricotecenos, do qual também fazem parte seus derivados, 3-acetildesoxinivalenol (3-AcDON), 15-acetildesoxinivalenol (15-AcDON), DON-3-glicosídeo e o nivalenol (NIV) (SCOTT; LAU; KANHERE, 1981; UENO, 1983), produzida principalmente por *F. graminearum* em cereais como trigo e milho (CAST, 2003; RICHARD, 2000a).

Quanto à sua natureza química (Figura 2), o DON é um composto orgânico polar que contém um grupo 12,13-epoxi extremamente estável ao ataque nucleofílico, três funções OH (C-3, 7, 15) e um grupo ceto insaturado nas posições α e β (C-8, 9, 10), que lhe conferem grande reatividade e toxicidade. Ao contrário de outros tricotecenos, a molécula de DON contém uma carbonila (C-8) em sistema conjugado (C-9, 10) que auxilia na absorção de radiação ultravioleta pelos métodos de cromatografia em camada delgada (CCD) e cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE). Além disso, o DON é altamente estável em temperaturas elevadas e solúvel em água e solventes polares tais como o metanol, acetonitrila e ácido acético (POURETEDAL; MESHKANI, 2008; UENO, 1983).

Figura 2 – Estrutura química do DON

Fonte: adaptado de European Food Safety Authority - EFSA (2004)

O DON tem gerado preocupações crescentes devido ao seu potencial em causar efeitos adversos sobre a saúde animal e humana (CREPPY, 2002). Efeitos tóxicos em animais têm sido bem documentados e atingem principalmente o sistema imunológico e o trato gastrointestinal, por meio da inibição da síntese proteica (PESTKA; SMOLINSKI, 2005; ROTTER; PRELUSKY; PESTKA, 1996).

A potência dos efeitos gerados por DON é dependente da presença de uma ligação insaturada na posição C9-C10 e a integridade do anel 12,13-epoxi em sua estrutura molecular (Figura 2), bem como da dose, frequência e tempo de exposição (EFSA, 2004).

Doses agudas são caracterizadas por efeitos semelhantes aos gerados pela radiação ionizante em células vivas, promovendo diarreia, vômito, leucocitose, hemorragia, choque circulatório e morte. As doses crônicas são caracterizadas por recusa alimentar, redução no ganho de peso e na absorção de nutrientes e alterações neuroendócrinas e imunológicas (AWAD et al., 2008; LARSEN et al., 2004; ROTTER; PRELUSKY; PESTKA, 1996).

Na maioria dos estudos conduzidos em animais, a toxicidade por DON é frequentemente associada aos suínos, que é a espécie modelo mais sensível a essa micotoxina e amplamente utilizada com analogia para o intestino humano. Acredita-se que o DON seja absorvido com maior rapidez e eficiência nas porções superiores do intestino delgado e excretado principalmente através da urina, sem ocorrência de acúmulo em tecidos (DANICKE et al., 2010; ERIKSEN; PETTERSSON; LINDBERG, 2003).

Em humanos, o impacto potencial de DON na saúde pode ocorrer após a ingestão de alimentos contaminados como trigo, milho, aveia e cevada (SOBROVA et al., 2010), levando ao aparecimento de sintomas como náuseas, vômitos, diarreia, dor abdominal, dor de cabeça, tonturas e febre (PERKOWSKI; CHELKOWSKI; WAKULINSKI, 1990). Existem poucos dados relativos à toxicocinética de DON em humanos. Para tanto, a realização de estudos epidemiológicos empregando biomarcadores torna-se necessária a fim de determinar a existência de possíveis relações entre o consumo de elevadas concentrações de DON e a incidência de gastroenterite, desenvolvimento de doenças crônicas auto-imunes e retardo do crescimento (PESTKA, 2010).

A International Agency for Research on Cancer - IARC (2002) classificou o DON como uma substância do Grupo 3, ou seja, não há dados suficientes para sua classificação como carcinógeno.

2.6 Legislação para DON

Em 2003 a informação existente sobre regulamentação quanto ao limite aceitável de DON em alimentos destinados ao consumo humano ainda encontrava-se restrita a alguns países, variando de 500 a 2.000 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ (CAST, 2003).

No Brasil, a presença de DON em cereais e produtos de cereais, onde está incluído o trigo em grãos e seus produtos, é controlada por legislação. A Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), através da RDC nº 7 de 2011 (BRASIL, 2011), vem implementando de forma gradativa, com rigor crescente, os limites máximos tolerados (LMT) para DON em grãos de trigo e seus produtos, estabelecendo a partir de 2012 os LMT de 2.000 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ para farelo e 1.750 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ para farinha, e prevendo para 2014 e 2016 LMT inferiores para os produtos de trigo, bem como o estabelecimento do LMT para grãos. No entanto, ao final de 2013, a ANVISA, por meio da RDC nº 59 de 2013 (BRASIL, 2013) prorrogou para 2017 o prazo para adequação dos LMT de 2014 e 2016, o qual será de 3.000 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ em trigo para posterior processamento, 1.000 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ para farelo de trigo, trigo integral, trigo para quibe e farinha de trigo integral e 750 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ para farinha de trigo, massas, crackers, biscoitos de água e sal e produtos de panificação.

A comunidade Européia, por meio do regulamento nº 1881 de 2006 (EUROPEAN COMMUNITIES, 2006a) estabeleceu os LMT para DON em trigo em

grãos para posterior processamento de $1.250 \mu\text{g.kg}^{-1}$; para farinha e farelos de cereais de $750 \mu\text{g.kg}^{-1}$; e para pães, massas, biscoitos e cereais matinais de $500 \mu\text{g.kg}^{-1}$.

Em março de 2014, foi realizada a 8ª sessão do Comitê do Codex sobre contaminantes nos alimentos, que tem como proposta o estabelecimento de LMT de DON em cereais e produtos à base de cereais, dos quais inclui trigo em grãos e farinha de trigo, nas concentrações de $2.000 \mu\text{g.kg}^{-1}$ e $1.000 \mu\text{g.kg}^{-1}$, respectivamente. No entanto a União Européia não concordou completamente com esta proposta, discordando quanto ao nível fixado para DON em farinha de trigo, em virtude a um possível aumento no LMT de DON em produtos a base de cereais semi-processados e seus riscos para a saúde (CODEX ALIMENTARIUS COMMISSION, 2014).

2.7 Ocorrência de DON em trigo e/ou produtos de trigo

A ocorrência de micotoxinas produzidas por fungos do gênero *Fusarium* em trigo, já foi relatada mundialmente em inúmeros trabalhos de pesquisa (CALORIDOMINGUES et al., 2007; CREPPY, 2002; GONZÁLEZ et al., 1999; OMURTAG; BEYOGLU, 2003; PACIN et al., 1997; SANTOS et al., 2013; SLIKOVA et al., 2013).

Samar e Resnick (2002) resumiram os dados de contaminação por DON de cereais e seus produtos provenientes de trabalhos realizados no período de 1990 a 2000 em vários países do mundo, totalizando 7.305 amostras de trigo e 2.810 amostras de produtos de trigo analisadas. Desse total, 61,6% das amostras de trigo apresentaram concentração média de DON de $531 \mu\text{g.kg}^{-1}$ e 52,2% das amostras de produtos de trigo apresentaram concentração média de DON de $314 \mu\text{g.kg}^{-1}$. O DON também foi detectado em níveis baixos em cevada, aveia, centeio, arroz e produtos processados como cerveja, panquecas, alimentos infantis, cereais matinais e mistura de grãos de cereais.

No Brasil, um dos trabalhos mais antigos é o de Badiale-Furlong et al. (1995), onde avaliaram 12 amostras de trigo nacional provenientes do Rio Grande do Sul, e o DON foi encontrado em apenas uma amostra (8%), na concentração de $400 \mu\text{g.kg}^{-1}$.

O estudo realizado por Oliveira et al. (2002), sobre a incidência de DON em produtos de panificação, farinha e farelo de trigo comercializados em cidades do

Estado de Minas Gerais no período de 1998 a 2000, mostrou que a toxina foi detectada em 32 (68%) das 47 amostras analisadas, na faixa de concentração de DON de 40 a 1.205 $\mu\text{g.kg}^{-1}$. Baraj e Badiale-Furlong (2003) avaliaram 112 amostras de farinha de trigo comercializadas na cidade de Rio Grande (RS) e verificaram que apenas 2 amostras (1,8%) estavam contaminadas por DON nas concentrações de 128 e 323 $\mu\text{g.kg}^{-1}$.

Lamardo, Navas e Sabino (2006) avaliaram amostras de farinha de trigo e grãos de trigo quanto à presença de DON coletadas na cidade de São Paulo e constataram que das 28 amostras de farinha de trigo analisadas, 14 (50%) estavam contaminadas por DON em concentrações que variaram de 82 a 600 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ e das 14 amostras de grãos de trigo, 5 (36%) apresentaram concentrações de DON que variaram de 166 a 1.500 $\mu\text{g.kg}^{-1}$.

Calori-Domingues et al. (2007) avaliaram 100 amostras de grãos de trigo, sendo 50 de trigo nacional (provenientes dos estados de São Paulo, Paraná e Rio Grande do Sul) e 50 de trigo importado (Argentina e Paraguai), quanto à contaminação por DON. Os resultados indicaram que, do total de amostras avaliadas, 94% do trigo nacional e 88% do trigo importado apresentaram-se positivas ($>45 \mu\text{g.kg}^{-1}$) quanto à presença de DON. Os níveis médios de contaminação por DON do trigo nacional (332 $\mu\text{g.kg}^{-1}$) foram maiores ($p \leq 0,05$) do que do trigo importado (90 $\mu\text{g.kg}^{-1}$). Duas amostras (4%) do trigo nacional, provenientes do Paraná, apresentaram concentrações de DON de 3.327 e 4.573 $\mu\text{g.kg}^{-1}$, indicando que podem existir regiões dentro desse Estado com condições climáticas ou de manejo da cultura que propiciem o desenvolvimento fúngico, com elevada produção da toxina.

Mais recentemente, Santos et al. (2011) observaram que 72,2% das 36 amostras de trigo coletadas nos estados do Paraná e Rio Grande do Sul, nas safras de 2006, 2007 e 2008 apresentaram contaminação por DON com concentrações variando de 89 a 1.592 $\mu\text{g.kg}^{-1}$. A concentração de DON em 95,2% do trigo cultivado no Paraná situou-se entre não detectado ($\text{LD} < 0,28 \mu\text{g.kg}^{-1}$) e 500 $\mu\text{g.kg}^{-1}$, enquanto que aproximadamente 35% das amostras do Rio Grande do Sul apresentaram entre 750 e 1.750 $\mu\text{g.kg}^{-1}$. Os autores constataram que apesar das diferenças entre o tempo de armazenamento das amostras, a produção de micotoxinas por espécies do gênero *Fusarium* é pouco provável durante esta etapa, principalmente se o teor de

umidade dos grãos for inferior a 14% e as condições de armazenamento forem adequadas.

Del Ponte, Garda-Buffon e Badiale-Furlong (2012) avaliaram 66 amostras de trigo produzido no estado do Rio Grande do Sul nas safras de 2006, 2007 e 2008 e observaram que apenas uma amostra não apresentou contaminação por DON, sendo a média da concentração de DON nas 65 amostras de $527 \mu\text{g.kg}^{-1}$. Os autores observaram variação significativa entre as concentrações de DON e anos de coleta onde, apenas 10 amostras encontraram-se acima de $1.000 \mu\text{g.kg}^{-1}$ e a maior concentração de DON foi de $2.740 \mu\text{g.kg}^{-1}$ no ano de 2008.

Calori-Domingues et al. (2013) avaliaram 745 amostras de grãos de trigo produzidos nas safras de 2009 e 2010 em sete estados do Brasil, e observaram que 641 amostras (86%) estavam contaminadas por DON, com concentração média de $1.046 \mu\text{g/kg}$.

Santos et al. (2013) avaliaram 113 amostras de trigo produzidos nas regiões norte, sudoeste e centro do Paraná durante os anos de 2008 e 2009 e verificaram a presença de DON em 66,4% das amostras, com concentração média de $1.895 \mu\text{g.kg}^{-1}$, variando de 206 a $4.732 \mu\text{g.kg}^{-1}$.

2.8 Processamento do trigo

O processamento do trigo envolve as etapas de recepção e estocagem dos grãos, limpeza, condicionamento, moagem, peneiragem, purificação e empacotamento (EL-DASH, 1982).

Para obter farinhas de alta qualidade, o trigo deve ser submetido a um processo de limpeza onde são removidas as impurezas e matérias estranhas (EL-DASH, 1982).

Os resíduos provenientes desta etapa do processo são definidos no Brasil pela Instrução Normativa nº 38 de 2010 (BRASIL, 2010), e compõem-se das impurezas, matérias estranhas e defeitos. Os defeitos são divididos em três tipos: (a) grãos ardidos, danificados pelo calor ou grãos queimados; (b) grãos chochos, triguielho e quebrados; e (c) grãos danificados por insetos. A impureza compreende toda partícula proveniente da planta de trigo, tais como cascas, fragmentos do colmo e folhas. Já a matéria estranha compreende toda partícula não proveniente da planta de trigo, tais como fragmentos vegetais, sementes de outras espécies, pedra e terra.

Os defeitos incluem grãos inteiros ou pedaços que apresentam alteração na coloração original, grãos chochos, triguilho e grãos quebrados, e grãos inteiros ou pedaços de grãos danificados por insetos.

Os equipamentos de limpeza utilizam uma ou mais propriedades físicas dos grãos, como tamanho, forma e densidade, para separar as impurezas, matérias estranhas e defeitos do grão. Elas incluem peneiras vibratórias, insuflação ou aspiração de ar, cilindros, separadores de peso específico, separadores eletrostáticos, separadores pneumáticos, entre outros. Dentre os principais equipamentos de limpeza em escala laboratorial estão o Labofix, NSL e Carter-Day Dockage Tester. O Labofix tem demonstrado grande eficiência na separação de resíduos, através do emprego da combinação de ar, cilindros e peneiras (NEGRINI et al., 1994; POSNER; HIBBS, 1997; WANG et al., 1994).

O trigo limpo é então condicionado, etapa que consiste na adição de água aos grãos, visando à separação eficiente do farelo e endosperma por meio do amolecimento do endosperma e endurecimento do farelo, seguido de um período de repouso para que sua umidade atinja o equilíbrio, garantindo assim um alto rendimento de farinha, com teor mínimo de cinza (EL-DASH, 1982; POSNER; HIBBS, 1997).

O processo de moagem propriamente dito é realizado através da moagem a seco dos grãos de trigo condicionados e envolve basicamente a separação do farelo e gérmen do endosperma e a redução do endosperma à farinha, em um processo contínuo de trituração e peneiração dos grãos e dos produtos intermediários que são produzidos (ATWELL, 2001).

Na moagem comercial, os grãos, primeiramente, passam pelo sistema de quebra, que emprega rolos corrugados que, girando em sentido contrário e com velocidade diferencial, quebram os grãos e “raspam” seu endosperma através da ação de cisalhamento. Da quebra do grão são originados, no mínimo, 3 produtos: um grosseiro com endosperma ligado ao farelo, grandes grânulos de endosperma e uma pequena quantidade de farinha. Por meio de uma série de peneiras planas (plansifters) e/ou purificadores (sassores) os produtos da moagem são separados e classificados de acordo com o tamanho das partículas e densidade. São obtidos nesta etapa o farelo, gérmen e a farinha de quebra, sendo as partículas intermediárias enviadas ao sistema de redução, que emprega rolos lisos e produzem partículas finas de farinha através da ação de compressão. Novamente é feito o

peneiramento, separando agora a farinha de redução e o farelinho (ATWELL, 2001; GERMANI, 2008). O farelinho (“shorts”) é uma mistura de farelo, endosperma e gérmen que tenha permanecido após o término do processo de moagem (POSNER, 2009).

A moagem experimental do trigo é uma ferramenta utilizada pelos moinhos, com o objetivo de simular o processo de moagem comercial, utilizando pequena quantidade de trigo, para obter informações técnicas sobre o grão, e prever como será seu desempenho durante o processo e o rendimento de farinha (POSNER; HIBBS, 1997; RASPER; WALKER, 2000).

As técnicas de moagem experimental, em sua maioria, estão baseadas na utilização de uma unidade de moagem, como o Bühler, Chopin, Quadrumat Junior e Quadrumat Senior (KIM et al., 1995). O moinho Brabender Quadrumat Senior é um moinho laboratorial automático com base no princípio de quatro rolos. Neste moinho são utilizadas duas unidades de moagem, com quatro rolos cada, sendo elas: sistema de quebra e sistema de redução. Os produtos da moagem são, então, separados em uma série de peneiras sobrepostas, contendo três peneiras para quebra e três peneiras para redução. As partículas intermediárias obtidas no sistema de quebra são conduzidas até o sistema de redução através de uma rosca transportadora (POSNER; HIBBS, 1997).

Na Figura 3, encontra-se esquematizado o processo de moagem experimental, em moinho Brabender Quadrumat Sênior, no qual são obtidas 4 frações de trigo, que são classificadas de acordo com o tamanho de suas partículas em: farelo ($\geq 530 \mu\text{m}$), farelinho (≥ 195 e $\leq 529 \mu\text{m}$), farinha de redução (≥ 155 e $\leq 194 \mu\text{m}$) e farinha de quebra ($\leq 154 \mu\text{m}$).

No Brasil, observa-se uma tendência em utilizar moinhos experimentais para avaliação da qualidade dos grãos de trigo. O moinho Brabender Quadrumat Senior é o mais reportado entre os estudos avaliando a qualidade de grãos de trigo (CALORI-DOMINGUES, 2002; CAMARGO; CAMARGO, 1987; CARNEIRO et al., 2005; COSTA et al., 2008; DELIBERALI et al., 2010; ELIAS et al., 2009; FELÍCIO et al., 1998, 2000, 2006, 2010; GUARIENTI; SANTOS; LHAMBY, 2000; GUARIENTI et al., 2003, 2004; PINNOW et al., 2003), sendo também verificada a utilização de moinho Bühler (MARTINS, 1997) e moinho Chopin (AMORIM, 2007; GUTKOSKI; NODARI; JACOBSEN NETO, 2003; SCHMIDT et al., 2009), porém com menor frequência.

Figura 3 – Esquema de moagem de grãos de trigo em moinho Quadrumat Sênior, da marca Brabender

Fonte: adaptado de Brabender (2011)

Estudos realizados em outros países empregam, principalmente, o moinho Bühler para moagem experimental de grãos de trigo (ABBAS et al., 1985; DENCIC; MLADENOV; KOBILJSKI, 2011; EDWARDS et al., 2011; GARTNER et al., 2008; KOSTELANSKA et al., 2011; LANCOVA et al., 2008; LEE et al., 1987; LUKOW; ZHANG; CZARNECKI, 1990; NOWICKI et al., 1988; PASCALE et al., 2011; PETERSON et al., 1998; SIMSEK et al., 2012; TANAKA et al., 1986; THAMMAWONG et al., 2010, 2011; TRIGO-STOCKLI et al., 1996; ZHANG; WANG, 2014; ZHENG et al., 2014). É observado também, com menor frequência, o emprego dos moinhos Allis-Chalmers (DEXTER; CLEAR; PRESTON, 1996; SCOTT et al., 1983), Miag Multomat (SEITZ et al., 1985, 1986), Brabender Quadrumat Junior (LUKOW; ZHANG; CZARNECKI, 1990; NISHIO et al., 2010) e Brabender Quadrumat Senior (GUTTIERI et al., 2004).

Vários estudos têm sido realizados empregando moinhos experimentais, que apresentam os componentes básicos da moagem comercial, para avaliar a distribuição de DON nas frações obtidas no processo de moagem (ABBAS et al.,

1985; LANCOVA et al., 2008; SCUDAMORE et al., 2008; SIMSEK et al., 2012; TRIGO-STOCKLI et al., 1996).

2.9 Distribuição de DON no processo de moagem do trigo

O problema da contaminação dos produtos da moagem por DON ocorre pelo fato de que, grãos aparentemente sadios podem conter a toxina (KUSHIRO, 2008).

Durante o processo de moagem de trigo contaminado, o DON permanece estável e não se decompõe, sendo sua distribuição variável nas frações obtidas. A maior concentração de DON é encontrada na camada externa do grão e a toxina está presente em quantidades apreciáveis nas frações de farelo e farinhas destinadas ao consumo humano e ou animal (ISRAEL-ROMING; AVRAM, 2010; KUSHIRO, 2008; LANCOVA et al., 2008; RÍOS et al., 2009; THAMMAWONG et al., 2010).

De acordo com Scudamore (2008) durante a moagem de cereais ocorre uma redistribuição de micotoxinas com relação a sua localização no grão inteiro, o que tem produzido efeito na redução da concentração em algumas frações, bem como aumento em outras.

Concentrações elevadas de DON têm sido relacionadas às frações de farelo e farelinho, comparadas à farinha que apresenta a menor concentração (EDWARDS et al., 2011; KUSHIRO, 2008; LANCOVA et al., 2008; LEE et al., 1987; NISHIO et al., 2010; SAMAR et al., 2003; SCOTT et al., 1984; SEITZ; BECHTEL, 1985; TRIGO-STOCKLI et al., 1996; YOUNG et al., 1984; ZHANG; WANG, 2014).

Lancova et al. (2008) verificaram que durante a moagem de grãos de trigo limpos as concentrações mais elevadas de DON foram obtidas no farelo. No entanto, aproximadamente 40% da contaminação original foram encontradas nas frações de farinha, sendo a farinha de primeira quebra a mais contaminada.

Estudos indicam que a eficácia do processo de moagem na redução da concentração de DON em farinha depende da extensão em que os fungos tenham penetrado no grão (PINSON-GADAIS et al., 2007; RÍOS et al., 2009; SEITZ et al., 1985; YOUNG et al., 1984). Grãos de trigo que apresentam elevada concentração de DON são geralmente associados com menor porcentagem de redução do mesmo durante a moagem (TRIGO-STOCKLI, 2002).

Tendo em vista a alta ocorrência de DON em trigo, processos eficazes para remoção ou eliminação de DON são essenciais para minimizar a exposição dos consumidores de grandes volumes de trigo. A limpeza dos grãos antes da moagem pode ser uma alternativa para redução da concentração de DON nos produtos da moagem (KUSHIRO, 2008).

Seitz et al. (1985) avaliaram onze lotes de trigo, com contaminação de DON variando entre 30 a 2.890 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ e verificaram que a limpeza dos grãos reduziu em média 16% da concentração de DON nos grãos limpos, e que os resíduos obtidos da limpeza, representando de 1 a 15% em peso, apresentaram uma concentração média de DON 4,7 vezes superior à dos grãos limpos.

Lancova et al. (2008) verificaram no resíduo de limpeza as maiores concentrações de tricotecenos e notaram que ao realizar a etapa de limpeza dos grãos, reduziram a concentração de DON em 41 a 55% nas amostras de grãos limpos.

Edwards et al. (2011) avaliando a contaminação de DON em trigo processado em moinho experimental verificaram que o percentual obtido em resíduo de limpeza foi em média de 1,4% em peso, variando de 0,2 a 3,5% e uma redução de DON de apenas 7% nos grãos limpos, quando removido o resíduo de limpeza.

3 MATERIAL E MÉTODOS

Os procedimentos de obtenção das amostras de trigo, processamento e determinação da concentração de DON, bem como controle de qualidade analítica encontram-se descritos a seguir.

3.1 Obtenção das amostras

Trinta amostras de grãos de trigo, naturalmente contaminadas por DON, foram obtidas. Estas apresentavam características de qualidade tecnológicas comumente aceitas pelos moinhos de trigo para realização da moagem comercial. A coleta das amostras foi realizada por intermédio de uma empresa do setor moageiro de trigo, ou seja, no moinho, e sua seleção abrangeu amostras contaminadas por DON na faixa de 325 a 4.150 $\mu\text{g.kg}^{-1}$, por meio de análise previa utilizando o kit ELISA para DON (Veratox, NeogenCo., Ayr, UK).

As amostras, com 3 a 4 kg, foram coletadas de diferentes lotes de grãos de trigo provenientes das safras de 2012 e 2013, com procedência em sua maioria nacional, advindas dos estados do Paraná (7), Santa Catarina (1) e Rio Grande do Sul (16), e algumas importadas da Argentina (1), Uruguai (2) e Paraguai (3).

3.2 Processamento dos grãos de trigo

O processamento dos grãos de trigo envolveu as etapas de limpeza, condicionamento e moagem experimental, conforme descrito a seguir e apresentado na figura 4.

3.2.1 Limpeza

A limpeza das amostras de grãos de trigo foi realizada empregando o limpador-separador de grãos Labofix 90 da marca Brabender, que por meio de um conjunto de peneiras adaptadas às dimensões do trigo classificam os resíduos gerados em dois tipos: (a) matérias estranhas maiores que o grão, que ficaram retidos na peneira com furos oblongos de 3,5 mm x 20,0 mm e (b) pequenas partículas de material estranho e de grãos de trigo quebrados que passaram pela

peneira com furos oblongos de 1,75 ou 2,00 mm x 20,0 mm. A soma desses resíduos, aqui denominado de resíduo de limpeza, foi pesado em balança e triturado em moinho de martelo (MA 090 – Marconi), utilizando-se peneira de abertura de 0,85 mm (20 mesh), que é a granulometria recomendada para análise de micotoxinas (RICHARD, 2000b). Em seguida, o material foi homogeneizado, embalado em sacos de polipropileno e armazenado sob temperatura de congelamento ($< -18^{\circ}\text{C}$) até o momento da análise.

3.2.2 Condicionamento

O condicionamento dos grãos de trigo limpos foi realizado em misturador (MR 10L – Chopin), tendo seu conteúdo de umidade ajustado para 15,5%. O volume de água destilada adicionado aos grãos para se atingir a umidade requerida, foi calculado com base na umidade inicial das amostras de grãos, por meio de medidor de umidade (919 ES – Motomco) (MOTOMCO, 2001). As amostras foram colocadas em frascos hermeticamente fechados do misturador, adicionadas de água destilada e homogeneizadas por 30 minutos. Realizada a mistura, os grãos permaneceram nestes frascos por 18 a 22 horas, sob temperatura ambiente de 25°C para após esse período seguirem para a etapa de moagem.

3.2.3 Moagem experimental

A moagem experimental foi realizada empregando o moinho laboratorial de rolos Quadrumat Senior, da marca Brabender, que é composto por seções de quebra e redução e o sistema de peneiragem do moinho, para obtenção de quatro frações, de acordo com o tamanho das partículas: farelo ($\geq 530\text{ }\mu\text{m}$), farelinho (≥ 195 e $\leq 529\text{ }\mu\text{m}$), farinha de quebra ($\leq 154\text{ }\mu\text{m}$) e farinha de redução (≥ 155 e $\leq 194\text{ }\mu\text{m}$) (BRABENDER, 2011).

As condições de trabalho do moinho experimental incluíram o controle da temperatura da sala de moagem a aproximadamente 25°C e umidade relativa de 65-70%. O ajuste entre a distância dos rolos do moinho experimental foi de: 0,04 mm entre o rolo 1 e 2, 0,04 mm entre o rolo 2 e 3, e 0,03 mm entre o rolo 3 e 4, de modo que se obtivesse uma extração média de farinha entre 60-70%.

Cada uma dessas frações foi então pesada em balança para determinação do rendimento de moagem, embalada em sacos de polipropileno e encaminhadas ao Laboratório de Micotoxinas e Micologia – LAN/ESALQ/USP (LABMIC) onde foram armazenadas sob temperatura de congelamento ($< -18^{\circ}\text{C}$) até o momento da análise. Dessas frações, apenas o farelo foi novamente triturado, empregando moinho de martelo (MA 090 – Marconi), com peneira de abertura de 0,85 mm (20 mesh).

Figura 4 – Fluxograma do processamento de grãos de trigo com a identificação dos parâmetros avaliados

3.3 Avaliação da qualidade dos grãos e da farinha de trigo

As análises do teor de umidade nos grãos e na farinha, teor de cinza nos grãos e na farinha, peso do hectolitro (PH) dos grãos e rendimento de extração de farinha, foram realizadas para assegurar a qualidade tecnológica dos trigos avaliados.

3.3.1 Teor de umidade

O percentual de água nos grãos de trigo foi determinado, em triplicata, empregando-se o medidor de umidade modelo Moisture Tester 919 ES da marca Motomco (MOTOMCO, 2001) e na farinha utilizou-se a termo balança modelo Rapid Moisture Tester HAV da marca Brabender (BRABENDER, 1982).

3.3.2 Teor de cinza

A determinação do teor de cinza em grãos e farinha de trigo foi realizada de acordo com o método da International Association for Cereal Chemistry nº 104/1 (ICC, 1990), em triplicata, onde foram pesados de $2,0-3,0 \pm 0,1$ g de grãos de trigo triturados e $5,0-6,0 \pm 0,1$ g de farinha de trigo, em cadinhos, e calcinados em mufla a $900\text{ }^{\circ}\text{C}$.

3.3.3 Peso do hectolitro (PH)

O PH foi determinado utilizando-se balança de peso hectolitro (Tipo 40 – Dallemolle), com volume de recipiente equivalente a $\frac{1}{4}$ litro, em triplicata, conforme procedimento descrito na Instrução Normativa nº 38 de 2010 do MAPA (BRASIL, 2010).

3.3.4 Rendimento de extração de farinha

O rendimento de extração de farinha, também aqui denominado de rendimento de farinha total, expresso em porcentagem, foi calculado considerando-se a soma da quantidade obtida de farinha de quebra e farinha de redução em relação à quantidade de grãos de trigo.

3.4 Determinação da concentração de desoxinivalenol (DON)

3.4.1 Extração e purificação de DON

A análise de DON baseou-se nas metodologias de Neumann et al. (2009) e do Comitê Europeu de Normalização - EN 15891:2010 (CEN, 2010).

Para a extração de DON pesou-se em balança 25 g de amostra em Erlenmeyer de 250 mL e adicionou-se 100 mL de H₂O destilada, seguido de agitação em mesa agitadora reciprocante (MA 139 – Marconi) por 1 hora, sob velocidade de 240 bpm/min. As amostras foram filtradas, empregando-se papel de filtro qualitativo (diâmetro: 24 cm – Unifil) e em seguida, em filtro de microfibra de vidro (Fisherbrand G6, diâmetro: 110 mm – Fisher Scientific).

Para a purificação do extrato filtrado, foi empregada coluna de imunoafinidade para DON (NeoColumn™ 8340 for DON – NeogenCo., Ayr, UK) na qual adicionou-se 1 mL do extrato (0,25 g de amostra), sob fluxo de passagem em coluna de 1 gota por segundo. Em seguida, após a completa passagem do extrato, a coluna foi lavada com 10 mL de H₂O destilada, sob fluxo de 1 gota por segundo até total esgotamento, quando foram forçados 10 mL de ar através da mesma com auxílio de uma seringa. A toxina foi então eluída com 2 alíquotas de 1 mL de metanol, permitindo-se que aproximadamente 7 a 10 gotas fossem recebidas em flaconete de vidro lavados com ácido (TRUCKSESS, 2006) ao início de cada eluição, e em seguida aguardado 1 minuto antes da eluição do restante do metanol em flaconete. Essa operação foi realizada visando o contato do metanol com os anticorpos da coluna para maior eficiência na eluição de DON na amostra. Os 2 mL do eluato metanólico foram secos em bloco aquecedor (MA 4006 – Marconi) a 50°C, sob fluxo de ar e redissolvidos em 500 µL da solução de H₂O ultra pura:acetonitrila (92:8, v/v) e filtrados em unidade filtrante (Millex-GV, membrana de PVDF, poro: 0,22 µm, diâmetro: 13 mm – Millipore) antes da injeção no cromatógrafo.

3.4.2 Condições cromatográficas

A detecção e quantificação foram realizadas por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) empregando detector de arranjo de diodos (UV-DAD), nas condições a seguir informadas.

O cromatógrafo utilizado, da marca Shimadzu, era constituído por bomba modelo LC-20AT com câmara de mistura de solventes FCV-10AL *vp*, degaseificador modelo DGU-20A5, injetor automático modelo SIL-20A, forno modelo CTO-20A mantido a 40°C, detector de arranjo de diodos (DAD) modelo SPD-M20A, controladora modelo SCL-10A *vp* e software LC Solution. A separação cromatográfica foi realizada em coluna Hypersil ODS (dimensão: 250 x 4,6 mm, tamanho da partícula: 3 µm – Thermo), conectada a uma pré-coluna (AJ0-4287, dimensão: 4 x 3,0 mm – Phenomenex).

Utilizou-se sistema de bombeamento por gradiente, sendo a fase móvel preparada pela câmara de mistura. Duas misturas de solventes foram empregadas como fases móveis: (A) H₂O ultra pura:acetonitrila (92:8, v/v) e (B) acetonitrila:H₂O ultra pura (90:10, v/v), sendo a H₂O obtida no sistema de filtragem Milli-Q (Simplicity 185-Simpark – Millipore) e o solvente grau cromatográfico. A programação por gradiente foi processada conforme as seguintes condições: 0 a 13 minutos a 100% de A, 13,5 a 22 minutos a 100% de B e 22,5 a 36 minutos a 100% de A. O fluxo da fase móvel foi mantido a 0,8 mL por minuto, com volume de injeção de 50 µL. Nessas condições, o tempo de retenção de DON foi de aproximadamente 12,5 minutos e o tempo total da corrida de 36 minutos.

O espectro de máxima absorção de DON na região ultravioleta foi obtido no comprimento de onda de 219 nm, a partir do qual foram gerados os cromatogramas.

3.4.3 Curva de calibração

Para a quantificação das amostras foi utilizado o padrão certificado de DON (BRM 002016, 5 mL – Biopure, Tulln, Áustria) com concentração de 100,6 µg.mL⁻¹. A solução foi armazenada sob temperatura de congelamento (< -18°C) até o momento de sua utilização para o preparo de soluções diluídas.

A partir da solução padrão foram preparadas cinco soluções com diferentes concentrações de DON, dissolvidas em H₂O ultra pura:acetonitrila (92:8, v/v). As concentrações das soluções da curva variaram de aproximadamente 0,1 a 2,0 ng.µL⁻¹, do ponto 1 ao 5, respectivamente, sendo correspondentes as concentrações aproximadas de 100 a 2.000 µg.kg⁻¹ de DON nas amostras analisadas (Tabela 1).

A cada remessa de amostras analisadas preparou-se uma nova curva de calibração, sendo cada uma de suas 5 soluções padrão injetadas, no mínimo, 3

vezes. A curva de calibração foi construída considerando-se a média aritmética dos valores de área obtidos em cada ponto e sua respectiva concentração. A linearidade foi verificada por meio do coeficiente de determinação (R^2), empregando-se o Software LC Solution da marca Shimadzu, versão 1.22 SP1.

Tabela 1 – Concentração nas cinco soluções padrão de DON em $\text{ng.}\mu\text{L}^{-1}$ e a concentração correspondente nas amostras em $\mu\text{g.kg}^{-1}$

Solução padrão de DON	Concentração de DON ($\text{ng.}\mu\text{L}^{-1}$)	Concentração correspondente nas amostras ($\mu\text{g.kg}^{-1}$)
1	0,1006	100,6
2	0,5030	503,0
3	1,0060	1006,0
4	1,5090	1509,0
5	2,0120	2012,0

3.4.4 Controle de qualidade analítica

O controle de qualidade analítica foi realizado através da determinação da exatidão da metodologia, por meio de testes de recuperação, da precisão, da avaliação do desvio padrão relativo de repetibilidade (RSDr), do limite de detecção (LD), e do limite de quantificação (LQ). Empregou-se como matriz, dependendo da avaliação realizada, os grãos de trigo, o farelo e a farinha de trigo, além da análise de material de referência de trigo.

3.4.4.1 Teste de recuperação (Exatidão)

Primeiramente, para avaliação da metodologia nas condições do LABMIC, realizou-se o teste de recuperação de DON em três concentrações (500, 1.250 e 2.500 $\mu\text{g.kg}^{-1}$) e 5 repetições, empregando-se como matriz grãos de trigo com concentração não detectada de DON. A solução padrão de DON utilizada para contaminação da matriz foi preparada a partir do padrão de DON na forma cristalina (001001, 5 mg – Biopure, Tulln, Áustria) dissolvido em acetonitrila, na concentração teórica de 25 $\mu\text{g.mL}^{-1}$. A concentração da solução foi medida em espectrofotômetro (Shimadzu, modelo UV mini 1240), previamente checado quanto a sua calibração através de uma solução de dicromato de potássio, de acordo com o procedimento nº. 970.44 (item 49.2.02) da AOAC (TRUCKSESS, 2006) e utilizando o valor de

6.805 como absorvidade molar de DON de acordo com Krska, Welzig e Boudra (2007).

A cada teste de recuperação, uma alíquota da solução de DON utilizada era separada para ser injetada no cromatógrafo e quantificada por meio da curva de calibração preparada com o padrão certificado (item 3.4.3).

A contaminação da matriz foi realizada adicionando-se um volume de solução padrão de DON em quantidade conhecida, correspondente a uma das concentrações desejadas de 500, 1.250 e 2.500 $\mu\text{g.kg}^{-1}$. A matriz artificialmente contaminada foi mantida em capela por 15 horas, para evaporação do solvente da solução padrão, e posteriormente analisada conforme a metodologia descrita para determinação de DON.

A recuperação foi calculada de acordo com a eq. 1:

$$\text{Recuperação (\%)} = \frac{C_1 - C_2}{C_3} \times 100 \quad (1)$$

onde:

C_1 = concentração determinada na amostra artificialmente contaminada

C_2 = concentração determinada na amostra

C_3 = concentração adicionada

Todos os resultados obtidos de concentração de DON nas frações analisadas foram corrigidos pela recuperação média obtida dos três níveis de contaminação avaliados.

A aplicabilidade da metodologia também foi avaliada por meio de testes de recuperação, em triplicata, nas matrizes de farelo e farinha de trigo. Para isso em amostras de ambas as matrizes com concentração não detectada de DON adicionou-se solução padrão de DON em quantidade suficiente para se obter 2.500 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ no farelo e 750 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ na farinha. As concentrações selecionadas para contaminação foram baseadas nas médias das concentrações de DON apresentadas nas amostras de farelo e farinha.

3.4.4.2 Limite de detecção (LD)

O LD teórico foi determinado através da análise do ruído obtido do cromatograma de uma amostra com concentração não detectada de DON, no intervalo entre os dois minutos anteriores e posteriores ao tempo de retenção de DON. Considerou-se como LD teórico o valor de concentração correspondente a 3 vezes a amplitude do ruído analisado, sendo esta de $50 \mu\text{g.kg}^{-1}$.

O LD foi avaliado adicionando-se quantidade suficiente da solução padrão de DON que fornecesse a contaminação teórica de $50 \mu\text{g.kg}^{-1}$ a uma amostra com concentração não detectada de DON. Após a injeção dos extratos confirmou-se que era possível distinguir inequivocamente um pico no mesmo tempo de retenção, bem como o espectro característico do padrão de DON.

3.4.4.3 Limite de quantificação (LQ)

O LQ foi determinado considerando-se a concentração de $2 \times \text{LD}$, que foi $100 \mu\text{g.kg}^{-1}$. Deste modo o LQ foi avaliado quanto sua exatidão e precisão, por meio do teste de recuperação e cálculo do desvio padrão relativo de repetibilidade (RSDr), respectivamente, realizando-se a análise completa, em sete repetições.

3.4.4.4 Análise de material de referência

Outro procedimento utilizado para avaliar a exatidão do método empregado foi à análise de material de referência de trigo (MO9451A), contaminado com $1.009 \mu\text{g.kg}^{-1}$, obtida da empresa Romer Labs Brasil, de um estudo comparativo interlaboratorial de análise de DON ("Romer Labs Check Sample – Survey"), para controle de qualidade interlaboratorial.

3.4.4.5 Confirmação da identidade de DON

A identidade de DON foi confirmada por meio da sobreposição do espectro de absorção ($\lambda = 219 \text{ nm}$) no pico representativo de DON das amostras analisadas e da solução padrão de referência, e da verificação da similaridade, por meio do Software LC Solution da marca Shimadzu, versão 1.22 SP1.

3.5 Cálculos para estimativa da concentração de DON

A distribuição heterogênea da contaminação por micotoxinas tem grandes implicações na avaliação precisa da concentração de micotoxinas em grãos e produtos processados (WHITAKER, 2004). A variabilidade existente nas etapas de amostragem, preparo de amostra e determinação da concentração de micotoxinas, já foi estudada em diversos produtos agrícolas e micotoxinas (WHITAKER; DICKENS; MONROE, 1974), incluindo DON em trigo (WHITAKER et al., 2000). Assim, para evitar que a avaliação da distribuição da contaminação nas frações em relação à contaminação inicial das amostras de grãos limpos fosse influenciada por essa variabilidade optou-se, neste estudo, por estimar a concentração de DON nas mesmas a partir da concentração de DON nas frações avaliadas e do percentual obtido de cada fração na moagem experimental, como indicado na eq. 2:

$$[DON_{GL}] = \frac{\%FL \times [DON_{FL}] + \%FN \times [DON_{FN}] + \%FQ \times [DON_{FQ}] + \%FR \times [DON_{FR}]}{100} \quad (2)$$

onde:

GL = Grãos limpos

FL = Farelo

FN = Farelinho

FQ = Farinha de quebra

FR = Farinha de redução

[DON] = Concentração de DON em $\mu\text{g.kg}^{-1}$ na fração indicada

Considerando o percentual e a concentração de DON no resíduo e a contaminação estimada de DON dos grãos limpos, de cada amostra, calculou-se a contaminação de DON nas amostras de grãos no seu estado original, por meio da eq. 3:

$$[DON_{GO}] = \frac{\%RL \times [DON_{RL}] + \%GL \times [DON_{GL}]}{100} \quad (3)$$

onde:

GO = Grãos no seu estado original

RL = Resíduo de limpeza

GL = Grãos Limpos

[DON] = Concentração de DON em $\mu\text{g.kg}^{-1}$

3.6 Análise estatística

Na análise exploratória dos dados, foi verificado que a pressuposição de normalidade não foi atingida para os parâmetros de concentração e concentração relativa de DON, sendo então necessária a transformação dos dados originais por meio da potência ótima de Box-Cox (BOX; COX, 1964), como indicado a seguir:

- Concentração de DON = $[\text{DON}]^{-0,2}$
- Concentração relativa = $[\text{CRel DON}]^{-0,5}$

Os resultados obtidos foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e as médias de percentual, concentração e concentração relativa de DON foram comparadas entre as frações obtidas do processo de limpeza e moagem experimental de grãos de trigo, pelo teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade. Foi realizada análise de correlação entre as variáveis (parâmetros de qualidade do trigo, percentual, concentração e concentração relativa de DON), por meio do coeficiente de correlação de Pearson.

O software utilizado para análise estatística foi o Statistical Analysis System (SAS), versão 9.3 (SAS, 2011).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Quantificação de DON

4.1.1 Curva de calibração

A construção da curva de calibração envolveu a relação existente entre os valores de área dos picos com as cinco concentrações da solução padrão de DON, do qual se obteve a equação da reta e o coeficiente de determinação (R^2). A linearidade das curvas utilizadas foi avaliada através dos valores obtidos de R^2 , os quais variaram de 0,9994 a 0,99996 sendo, portanto adequadas para as faixas de contaminação utilizadas. Na Figura 5 está apresentada uma das curvas de calibração obtida.

Figura 5 – Curva de calibração elaborada com 5 diferentes pontos, equação e coeficiente de determinação (R^2) para DON. Para condições de preparo da curva de calibração, ver o texto (item 3.4.3)

4.1.2 Controle de qualidade analítica

4.1.2.1 Teste de recuperação de DON em matriz de grãos de trigo

Os resultados do teste de recuperação obtidos para matriz de grãos de trigo estão apresentados na Tabela 2, onde constam a concentração média de DON, o desvio padrão relativo de repetibilidade (RSD_r) e o percentual médio de recuperação (%REC) para cada contaminação.

Tabela 2 – Recuperação média de DON em matriz de grãos de trigo artificialmente contaminadas com 500, 1.250 e 2.500 $\mu\text{g.kg}^{-1}$, em 5 repetições

Concentração adicionada de DON ($\mu\text{g.kg}^{-1}$)	Concentração recuperada de DON ($\mu\text{g.kg}^{-1}$)	Desvio padrão	$RSD_r^{(1)}$ (%)	Recuperação média de DON (%)
500	474	34,0	7,2	101,8
1250	1.175	134,3	11,4	94,7
2500	2.302	80,3	3,5	89,3

⁽¹⁾ Desvio padrão relativo de repetibilidade

O percentual recuperado de DON obtido da média das três concentrações avaliadas foi de 95%, apresentando variação mínima de 83,7 e máxima de 111,6%. Os percentuais de recuperação observados para contaminação de 500, 1.250 e 2.500 $\mu\text{g.kg}^{-1}$, variaram de 97,3 a 111,6%, 83,7 a 90,7% e 87,0 a 90,7%, respectivamente, estando estas em conformidade com o regulamento nº 401/2006 da Comunidade Européia (EUROPEAN COMMUNITIES, 2006b) que recomenda valores de percentual de recuperação de 60 a 110% para a faixa de ≥ 100 a 500 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ e de 70 a 120% para concentrações $> 500 \mu\text{g.kg}^{-1}$ e valores de $RSD_r \leq 20\%$.

4.1.2.2 Teste de recuperação de DON em matriz de farelo e farinha de trigo

Os resultados do teste de recuperação observados para matriz de farelo e farinha para concentração média de DON, desvio padrão (DP), desvio padrão relativo de repetibilidade (RSD_r) e os percentuais médios de recuperação (%REC) estão apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 – Recuperação média de DON nas matrizes de farelo e farinha artificialmente contaminadas com 2.500 e 750 $\mu\text{g.kg}^{-1}$, respectivamente, em triplicata

Matriz	Concentração adicionada de DON ($\mu\text{g.kg}^{-1}$)	Concentração recuperada de DON ($\mu\text{g.kg}^{-1}$)	Desvio padrão	RSD _r ⁽¹⁾ (%)	Recuperação média de DON (%)
Farelo	2.500	2.358	40,5	1,72	87,2
Farinha	750	647	26,2	4,05	86,2

⁽¹⁾ Desvio padrão relativo de repetibilidade

Em matriz de farelo artificialmente contaminada com 2.500 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ os percentuais de recuperação de DON variaram de 83,2 a 91,1%. Já em matriz de farinha artificialmente contaminada com 750 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ os percentuais de recuperação de DON variaram de 82,1 a 88,3%. Assim como na matriz de grãos de trigo, os percentuais de recuperação de DON nas matrizes de farelo e farinha estavam de acordo com os critérios estabelecidos pelo regulamento nº 401/2006 da Comunidade Europeia (EUROPEAN COMMUNITIES, 2006b).

4.1.2.3 Limite de detecção (LD)

O LD do método foi de 50 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ (Figura 6), o qual foi obtido comparando uma amostra de grãos de trigo onde DON não foi detectado (Figura 6a) com uma amostra artificialmente contaminada por DON na concentração de 50 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ (Figura 6b) na qual é possível verificar a presença de pico no tempo de retenção de 12,5 minutos.

4.1.2.4 Limite de quantificação (LQ)

No presente estudo o LQ do método foi de 100 $\mu\text{g.kg}^{-1}$, conforme verificada a presença de pico no tempo de retenção de 12,5 minutos em uma das 7 repetições em matriz artificialmente contaminada com 100 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ de DON (Figura 6c). Nessa mesma figura é possível verificar a diferença entre a área do pico de DON na concentração de 100 $\mu\text{g.kg}^{-1}$, com a de uma amostra de farelo de trigo naturalmente contaminada com 975 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ (Figura 6d).

A concentração média de DON recuperada foi de $83 \mu\text{g.kg}^{-1} \pm 7$, sendo verificado um RSDr de 8,1%. Obteve-se um percentual médio de recuperação de DON de 79,0%, variando de 72,7 a 91,8%, estando os mesmos de acordo com os critérios estabelecidos pelo regulamento nº 401/2006 da Comunidade Européia (EUROPEAN COMMUNITIES, 2006b).

Figura 6 – Cromatogramas para identificação da presença de DON. (a) Matriz de grãos de trigo com concentração não detectada de DON; (b) Limite de detecção; (c) Limite de quantificação; (d) Amostra de farelo com concentração de DON de $975 \mu\text{g.kg}^{-1}$. Para as condições cromatográficas, ver o texto (item 3.4.2)

4.1.2.5 Análise do material de referência

A partir da análise do material de referência de DON em trigo (MO9451A), obteve-se a concentração média de DON de $886 \mu\text{g.kg}^{-1}$. Considerando a concentração alvo de DON no material que era de $1.009 \mu\text{g.kg}^{-1}$, foi obtida uma

recuperação média de 87,8%, a qual está em conformidade com o regulamento nº 401/2006 da Comunidade Europeia (EUROPEAN COMMUNITIES, 2006b).

4.1.3 Confirmação da identidade de DON

A confirmação da presença de DON em trigo é indispensável para assegurar a qualidade da análise. Para tanto, a identidade de DON nas amostras foi confirmada por meio da sobreposição do espectro de absorção no pico representativo de DON das amostras analisadas e da solução padrão de referência, e verificação da similaridade.

A Figura 7 sobrepõe o espectro de absorção no pico representativo de DON de uma solução padrão de referência e de uma amostra de farelo.

Figura 7 – Sobreposição dos espectros de absorção no pico representativo de DON de uma solução padrão de referência (linha preta) e de uma amostra de farelo (linha rosa)

O grau de similaridade verificado entre os espectros de absorção, com máxima absorção em 219 nm, foi de 99,99%, indicando alto grau de similaridade e confirmação da presença de DON na amostra.

4.2 Avaliação da qualidade tecnológica dos grãos e farinha de trigo

As amostras de grãos e farinha de trigo foram avaliadas quanto aos seguintes parâmetros de qualidade: teor de umidade nos grãos, teor de cinza nos grãos, peso do hectolitro dos grãos, teor de umidade na farinha, teor de cinza na farinha e rendimento de extração de farinha (Tabela 4). No Apêndice A estão relacionados os resultados obtidos das 30 amostras avaliadas quanto aos parâmetros de qualidade do trigo.

Tabela 4 – Parâmetros de qualidade avaliados nas amostras

Parâmetros	Média	Desvio padrão	Mediana	Mínimo	Máximo
Umidade nos grãos (%) ⁽¹⁾	11,7	0,8	11,7	10,0	13,4
Cinza nos grãos (% em base seca) ⁽¹⁾	1,7	0,1	1,7	1,5	2,0
Peso do hectolitro (kg.hl ⁻¹) ⁽¹⁾	78,8	2,3	79,2	69,2	81,5
Umidade na farinha (%) ⁽¹⁾	14,6	0,7	14,5	13,5	16,2
Cinza na farinha (% em base seca) ⁽²⁾	0,5	0,0	0,5	0,4	0,6
Rendimento de extração (%) ⁽¹⁾	65,7	5,7	67,6	55,3	74,8

⁽¹⁾ Valores referentes à 30 amostras avaliadas

⁽²⁾ Valores referentes à 29 amostras avaliadas

4.2.1 Teor de umidade nos grãos

Segundo Carson e Edwards (2009) e Halverson e Zeleny (1988) o teor de umidade pode ser considerado um importante parâmetro para avaliar a qualidade do trigo, uma vez que está associado a grãos que sofreram processo de deterioração pela ação fúngica e infestações por insetos durante o armazenamento, principalmente se forem armazenados com alto teor de umidade. Além disso, a umidade pode afetar o PH dos grãos de trigo e seu tempo de condicionamento.

O teor de umidade nos grãos de trigo avaliados variou de 10,0 a 13,4% (Tabela 4). Das 30 amostras, apenas 1 (3%) excedeu o teor de umidade recomendado pela Instrução Normativa nº 38 de 2010 do MAPA (BRASIL, 2010) que é de 13%. De acordo com essa Instrução Normativa, grãos de trigo que apresentarem umidade superior a 13% poderão ser comercializados, desde que não gerem fator de risco a saúde humana.

Costa et al. (2008) reportaram teores de umidade semelhantes ao do presente estudo, variando de 11,5 a 12,9%. Além disso, verificaram que a umidade média nas amostras de trigo nacional foi de 12,6% e a umidade média em trigo importado foi de 12,0%.

4.2.2 Teor de cinza nos grãos

Os teores de cinza nos grãos de trigo avaliados variaram de 1,5 a 2,0% em base seca (Tabela 4), sendo semelhantes aos observados por Costa et al. (2008) e Gutkoski, Nodari e Jacobsen Neto (2003) onde as variações foram de 1,42 a 1,83% e 1,64 a 2,00%, respectivamente. Além disso, Costa et al. (2008) verificaram os maiores teores de cinza nos grãos de trigo importado (1,69 a 2,00%), que nos grãos nacionais (1,64 a 1,78%).

A concentração de minerais aumenta do endosperma para as camadas de aleurona e pericarpo, ou seja, concentram-se nas camadas mais externas dos grãos (CARSON; EDWARDS, 2009; GUARIENTI, 1996; MANDARINO, 1993). O conteúdo de cinza nos grãos de trigo pode variar entre os anos, classes e regiões, conforme as condições edafoclimáticas apresentadas durante sua produção (CARSON; EDWARDS, 2009).

4.2.3 Peso do hectolitro (PH)

Um dos parâmetros utilizados para classificação do trigo em Tipo é o PH, que de acordo com a Instrução Normativa nº 38 de 2010 do MAPA (BRASIL, 2010), deve apresentar valores mínimos de 78,0; 75,0; 72,0 e $\leq 72,0$ kg.hL⁻¹ para ser considerado Tipo 1, 2, 3 ou abaixo do padrão, respectivamente (Anexo C). Nesse estudo a faixa de PH dos grãos de trigo variou de 69 a 82 kg.hL⁻¹ (Tabela 4), onde 27 amostras (90%) apresentaram PH $\geq 78,0$ e apenas 1 amostra (3,3%) PH menor que 72,0 kg.hL⁻¹.

Vários estudos avaliando a qualidade de grãos de trigo no Brasil reportaram valores de PH semelhantes aos encontrados no presente estudo, dentre eles, os estudos de Costa et al. (2008), Felício et al. (1998, 2010), Guarienti et al. (2003), Gutkoski, Nodari e Jacobsen Neto (2003) e Smanhotto et al. (2006), que encontraram PH médio na faixa de 71,0 a 83,5 kg.hL⁻¹. A variabilidade do PH dentro

de cada estudo evidenciou a influência de fatores como a variedade de trigo e as condições edafoclimáticas de produção.

4.2.4 Teor de umidade na farinha

Valores de umidade de farinha de trigo acima de 14% afetam a qualidade de armazenamento, favorecendo o crescimento de fungos, aumento no teor microbiano e infestação por insetos (ATWELL, 2001).

O teor de umidade nas farinhas avaliadas variou de 13,5 a 16,2% (Tabela 4), sendo estes valores próximos a faixa de teor de umidade verificada por Costa et al. (2008), de 13,1 a 15,0%. Das 30 amostras avaliadas no presente estudo, 24 amostras (80%) apresentaram teor máximo de umidade abaixo de 15%, conforme estabelecido pela Instrução Normativa nº 8 de 2005 (BRASIL, 2005).

4.2.5 Teor de cinza na farinha

O teor de cinza presente nas farinhas avaliadas variou de 0,4 a 0,6% em base seca (Tabela 4), portanto abaixo do teor máximo de cinza de 0,8% para serem classificadas como farinhas de trigo tipo 1, atendendo aos demais requisitos (BRASIL, 2005).

Costa et al. (2008) e Gutkoski, Nodari e Jacobsen Neto (2003) reportaram valores de cinza na farinha em base seca, semelhantes aos encontrados no presente estudo, os quais foram de 0,5 a 0,6% e 0,4 a 0,6%, respectivamente.

O processo de moagem tende a distribuir as várias partes do grão de trigo em diferentes frações da moagem, o que torna impossível obter uma farinha completamente livre de contaminação por farelo (FISTES; RAKIC; TAKACI, 2013; POSNER; HIBBIS, 1997).

Dessa forma, o teor de cinza é uma medida utilizada pelos moinhos para avaliar o grau de extração de farinha em função da quantidade de farelo incorporado a farinha, onde um aumento no teor de cinza da farinha refletirá na redução de sua qualidade tecnológica (CARSON; EDWARDS, 2009; EL-DASH, 1982; GUTKOSKI; ANTUNES; ROMAN, 1999).

4.2.6 Rendimento de extração de farinha

O rendimento médio de extração de farinha foi de aproximadamente 66% (Tabela 4) indicando que, em média as amostras avaliadas neste estudo, apresentavam bom rendimento de extração de farinha (66-68%), onde apenas 9 amostras (30%) apresentavam potencial de moagem de baixo (60-62%) a muito baixo ($\leq 59\%$), de acordo com a classificação apresentada por Guarienti (1996).

Estudos realizados por Felício et al. (1998, 2010), empregando moinho experimental Brabender Quadrumat Senior na moagem de grãos de trigo, obtiveram rendimentos médios de extração de farinha próximos aos encontrados no presente estudo, sendo estes de 52,8 a 73,1% e 57,3 a 75,6%, respectivamente, dependendo dos cultivares e condições avaliados.

A realização da moagem experimental pela indústria é um meio importante para obtenção de informações sobre o rendimento de extração de farinha dos grãos de trigo que estão sendo adquiridos. Em moagem comercial, rendimentos de extração de farinha na faixa de 45 a 65% são frequentemente relacionados a farinhas com baixa contaminação por farelo, enquanto que, extrações entre 65 a 72% relacionam-se a altas concentrações de farelo na farinha (ATWELL, 2001).

Em geral, estabelece-se uma relação entre os parâmetros de teor de cinza, PH e rendimento de extração de farinha para avaliar o potencial de moagem do trigo (GUARIENTI, 1996; POSNER; HIBBIS, 1997), onde elevados valores de PH e cinza tendem a elevar a taxa de rendimento de extração de farinha (CARSON; EDWARDS, 2009). A taxa de extração de farinha pode ser influenciada pelo percentual de endosperma amiláceo que, por sua vez, é afetado pelo tamanho e forma do grão, espessura do farelo e tamanho do gérmen (POSNER; HIBBIS, 1997).

No presente estudo, não foi verificada a existência de correlação entre PH e rendimento de extração de farinha ($r=0,15$, $p=0,43$), assim como reportado Calori-Domingues (2002), avaliando amostras com PH médio de 76,4 kg.hl⁻¹. De acordo com Halverson e Zeleny (1988) amostras de trigo com PH acima de 78 kg.hl⁻¹ exercem pouca influência sobre o rendimento de farinha.

Germani e Carvalho (1999) avaliando características físicas de trigo brasileiro verificaram correlação significativa ($p<0,05$), porém de baixo valor, entre PH e rendimento de extração e, portanto, não se deve estabelecer relação direta entre os

mesmos, utilizando o PH apenas como indicador do potencial de rendimento de extração.

Neste estudo não foi verificada correlação entre o teor de cinza na farinha e rendimento de extração de farinha ($r=-0,26$, $p=0,18$). No entanto, o que pode ser observado foi uma diminuição do teor de cinza na farinha com o aumento do PH dos grãos ($r=-0,42$, $p=0,02$).

4.3 Moagem experimental

Na moagem experimental dos grãos de trigo foram obtidas as frações farelo, farelinho, farinha de quebra e farinha de redução. O percentual de cada fração foi calculado considerando a quantidade obtida da fração em relação ao peso total da amostra de grãos limpos, previamente umidificada.

Durante a moagem experimental não foram verificadas perdas significativas, obtendo-se um rendimento médio de moagem de 98,6%, variando de 96,9 a 100%. Rendimentos semelhantes foram reportados por Edwards et al. (2011) e Lancova et al. (2008) empregando moinho experimental Bühler (MLU-202), com média de rendimento de 92,5% e 98%, respectivamente. De acordo com Edwards et al. (2011) essa redução observada é provavelmente resultante da perda de umidade dos grãos durante a moagem.

Os resultados obtidos em percentual das frações de moagem estão apresentados na Figura 8. No Apêndice B encontram-se relacionados os resultados obtidos das 30 amostras avaliadas quanto ao percentual das frações de moagem.

A moagem experimental de grãos de trigo em moinho Brabender Quadrumat Senior produziu em média 28,5% de farelo, 5,8% de farelinho, 27,9% de farinha de quebra, 37,8% de farinha de redução e 65,7% de farinha total, em peso.

Guttieri et al. (2004), realizando a moagem de duas amostras de grãos de trigo em moinho Brabender Quadrumat Senior, obtiveram em média 38,3% de farelo, 3,4% de farelinho, 15,8% de farinha de quebra, 42,4% de farinha de redução e 58,2% de farinha total. Já em moinho experimental Bühler (MLU-202), Lancova et al. (2008) obtiveram em média 21,6% de farelo, 9,9% de farelinho, 44,2% de farinha de quebra, 16,9% de farinha de redução e 61,1% de farinha total. Enquanto que Edwards et al. (2011) com esse mesmo moinho, obtiveram em média 9,3% de farelo,

11% de farelinho, 72,5% de farinha total e, 1,6% e 2,5% de resíduos produzidos da limpeza do farelo e farelinho, respectivamente.

Figura 8 – Percentual das frações de trigo obtidas na moagem experimental (n=30).

O gráfico de caixas representa a média (◇), mediana (—), 50% dos resultados (inseridos na caixa), os valores máximo (⌢) e mínimo (⊥)

Nota-se uma variabilidade, quanto ao rendimento obtido para cada fração da moagem, entre diferentes tipos de moinhos. O rendimento de extração de farinha pode sofrer impacto das características dos grãos e das condições de moagem (ATWELL, 2001; POSNER; HIBBIS, 1997).

Diferentes variedades de trigo dentro de uma mesma classe podem apresentar variações quanto aos percentuais de endosperma, farelo e gérmen e, portanto, afetar o rendimento de extração de farinha (ATWELL, 2001). As condições do ambiente de moagem como a umidade relativa e a temperatura, também podem afetar o desempenho do moinho, tendo efeito decisivo sobre a taxa de extração, cor e cinza na farinha (POSNER; HIBBIS, 1997).

Além disso, a temperatura dos rolos de moagem exerce efeito sobre a eficiência de separação dos constituintes do grão de trigo, bem como em sua granulação, tanto em moagem experimental como em comercial. Observa-se que à

medida que a temperatura aumenta, ocorre expansão dos rolos e consequente mudança entre seu espaçamento, levando a queda no rendimento de farinha (JEFFERS; RUBENTHALER, 1977; POSNER; HIBBIS, 1997).

Baasandorj, Manthey e Simsek (2013) verificaram que o tamanho dos grãos e o tipo de moinho empregado para moagem experimental, como o Brabender Quadrumat Junior, Brabender Quadrumat Senior e Bühler (MLU-202), tiveram efeito significativo ($p < 0,05$) sobre o rendimento de extração de farinha. Grãos de tamanho grande (2,92 mm) quando moídos em Brabender Quadrumat Senior apresentaram rendimento de 73,1% de farinha, enquanto que, grãos de tamanho pequeno (1,65 mm) quando moídos em Brabender Quadrumat Junior resultaram em menor rendimento de farinha (46,6%).

De acordo com Germani (2008), os valores de rendimento de extração de farinha de trigo obtidos em moinhos experimentais como Brabender Quadrumat Junior, Brabender Quadrumat Senior, Bühler e Chopin, tem se mostrado inferiores aos obtidos em moinhos comerciais, o que dificulta o estabelecimento de comparações; no entanto, ainda assim são utilizados para prever as características de moagem de diferentes amostras de trigo.

4.4 Distribuição de DON nas frações da moagem

Os resultados médios da concentração de DON nas frações da moagem experimental de grãos de trigo que passaram pelo processo de limpeza estão apresentados na Tabela 5. No Apêndice C encontram-se relacionados os resultados obtidos das 30 amostras avaliadas para concentração de DON nas frações de trigo.

Pode-se observar que, as maiores concentrações de DON foram verificadas no farelo e farelinho, quando comparadas com as farinhas ($p \leq 0,05$), as quais não diferiram entre si ($p > 0,05$). Comparando estatisticamente (Tabela 5) a concentração média de DON nos grãos limpos com as frações obtidas, verificou-se que no farelo a concentração de DON foi maior do que nos grãos limpos e estes por sua vez, apresentaram concentração semelhante a do farelinho e da farinha total.

Edwards et al. (2011) verificaram que diferenças na concentração de DON antes e após a moagem são decorrentes apenas do fracionamento, sem evidências de alguma perda ou ganho de DON durante a moagem. O que se observa é uma redistribuição da contaminação com relação a sua localização original no grão,

levando a redução da concentração em algumas frações, bem como aumento em outras (SCUDAMORE, 2008).

Tabela 5 – Concentração e concentração relativa (CRel) de DON nas frações de trigo obtidas na moagem experimental (n=30)

Fração	Concentração de DON ($\mu\text{g.kg}^{-1}$)					CRel
	Média	Desvio padrão	Mediana	Mínimo	Máximo	
Grãos limpos	1.098 bc ⁽¹⁾	696	1.159	308	3.426	1,00 c ⁽¹⁾
Farelo	1.910 a	1.236	1.866	408	5.296	1,73 a
Farelinho	1.433 ab	906	1.301	224	2.849	1,35 b
Farinha de quebra	820 cd	524	823	239	2.762	0,76 d
Farinha de redução	661 d	440	611	213	2.283	0,62 e
Farinha total	723 cd	463	717	234	2.409	0,67 e

⁽¹⁾ Médias em escala original, seguidas de mesma letra na coluna, não diferem entre si pelo teste de Tukey ao nível de 5% de significância, em análise estatística com dados transformados. Para transformação realizada, ver o texto (item 3.6)

A distribuição de DON nas frações da moagem de trigo é dependente do grau de penetração da infecção por *F. graminearum* no interior do grão, uma vez que a ocorrência de DON está diretamente associada ao local de sua produção (NOWICKI et al., 1988; PINSON-GADAIS et al., 2007; SEITZ; BECHTEL, 1985). Desse modo, o DON é encontrado em todas as frações de trigo, podendo ser verificada a presença de hifas nas camadas do pericarpo, bem como no endosperma amiláceo (SEITZ; BECHTEL, 1985).

A maior concentração de DON na fração farelo pode ser atribuída à prevalência de *F. graminearum* nas camadas de pericarpo e aleurona, que compõem o farelo (BECHTEL et al., 1985; HAZEL; PATEL, 2004; NISHIO et al., 2010; SEITZ et al., 1985; TRIGO-STOCKLI; CURRAN; PEDERSEN, 1995; TRIGO-STOCKLI et al., 1996), e que apresentam altos teores de fibra, cinza e proteína (ATWELL, 2001; DELCOUR; HOSENEY, 2010). A presença de DON na farinha seria justificada pela penetração do fungo até o endosperma do grão (NOWICKI et al., 1988; PINSON-GADAIS et al., 2007; SEITZ; BECHTEL, 1985).

Tendo em vista que o farelinho é composto por partículas mais finas do farelo e parte de farinha, e a farinha total, por sua vez, é composta basicamente por endosperma, é possível justificar a diminuição gradativa de DON das camadas mais externas para o interior do grão.

Vieira, Badiale-Furlong e Oliveira (1999) avaliaram amostras de farinha de trigo comerciais quanto à presença de micotoxinas e observaram maiores valores médios de cinza nas amostras contaminadas em relação às não contaminadas. Isso pode ser confirmado no presente estudo, por meio da correlação positiva verificada entre a concentração de DON na farinha e o teor de cinza na farinha ($r=0,37$, $p=0,05$) utilizando moinho Brabender Quadrumat Senior, assim como foi reportado por Trigo-Stockli et al. (1996) empregando moinho experimental Bühler ($r=0,32$, $p<0,05$).

Os resultados médios da concentração relativa (CRel) das frações estão apresentados na Tabela 5 e representados em gráfico de caixas na Figura 9. No Apêndice D encontram-se relacionados os resultados obtidos das 30 amostras avaliadas para concentração relativa de DON nas frações de trigo.

Figura 9 – Concentração relativa (CRel) de DON em cada fração da moagem em comparação com os grãos limpos ($n=30$). O gráfico de caixas representa a média ($\diamond$), mediana ($-$), 50% dos resultados (inseridos na caixa), os valores máximo ($\top$), mínimo ($\perp$) e os extremos ($\circ$). Os dados plotados correspondem a escala original dos valores de CRel

Pode-se verificar que os valores de CRel de DON obtidos no presente estudo variaram significativamente entre as frações ($p \leq 0,05$) (Tabela 5 e Figura 9) sendo maior no farelo, seguido do farelinho e da farinha total. Entre as CRel das frações avaliadas apenas aquelas obtidas para farinha de redução e a farinha total não diferiram entre si estatisticamente ($p > 0,05$).

Comparando-se com os grãos limpos, a concentração de DON nas frações foi em média 73% maior no farelo (CRel=1,73), 35% maior no farelinho (CRel=1,35), 24% menor na farinha de quebra (CRel=0,76), 38% menor na farinha de redução (CRel=0,62) e 33% menor na farinha total (CRel=0,67) (Tabela 5).

Estudos envolvendo a distribuição de DON nas frações da moagem de trigo estão resumidos na Tabela 6. Tais estudos foram realizados empregando grãos de trigo com distintas faixas de contaminação por DON (<20 a $>15.000 \mu\text{g.kg}^{-1}$), naturalmente ou artificialmente contaminados, de diferentes classes e variedades de trigo. Além disso, diferentes moinhos foram empregados na moagem dos grãos.

De uma maneira geral, nos grãos limpos a concentração de DON é geralmente mais baixa do que no farelo e farelinho e mais alta que nas farinhas (Tabela 6). Essas informações foram também resumidas nas revisões realizadas por Cheli et al. (2013) e Kushiro (2008).

Considerando as diferentes abordagens entre os estudos, foi possível verificar semelhança no padrão de distribuição de DON nas frações da moagem de grãos de trigo. No entanto, quando os valores de CRel de DON foram comparados para cada fração entre os estudos, observou-se alta variabilidade entre os resultados apresentados.

A CRel de DON observada nesses estudos (Tabela 6) variou de 1,05 a 3,40 para farelo, 1,11 a 1,69 para farelinho, 0,30 a 0,78 para farinha de quebra, 0,45 a 0,49 para farinha de redução e 0,45 a 0,88 para farinha total. Nas amostras avaliadas no presente estudo (Figura 9), a variação observada da CRel de DON foi de 1,24 a 2,29 para farelo, 0,65 a 2,16 para farelinho, 0,63 a 0,95 para farinha de quebra, 0,34 a 0,86 para farinha de redução, e 0,49 a 0,89 para farinha total.

Tabela 6 – Comparação da concentração e concentração relativa (CRel) de DON nas frações da moagem de diferentes amostras de grãos de trigo

Procedimento de moagem	DON nos grãos ⁽¹⁾ (µg.kg ⁻¹)	DON nas frações ⁽¹⁾ (µg.kg ⁻¹)		CRel ⁽²⁾	Referência
Moinho Experimental Miag Multomat	1.130 (30-3.350)	Farinha total	990	0,88	Seitz et al. (1985)
Moinho Experimental Bühler (MLU-202)	7.560 (6.400-8.600)	Farelo	16.340	2,16	Abbas et al. (1985)
		Farelinho	12.775	1,69	
		Farinha de quebra	2.260	0,30	
		Farinha de redução	3.740	0,49	
		Farinha total	3.418	0,45	
Moinho Experimental Bühler (MLU-202)	2.800	Farelo	3.400	1,21	Trigo-Stockli et al. (1996)
		Farelinho	3.100	1,11	
		Farinha total	1.500	0,54	
Moinho Experimental Bühler (MLU-202)	492 (38-1.413)	Farelo	908	1,05	Lancova et al. (2008)
		Farinha de quebra	383	0,78	
		Farinha de redução	219	0,45	
		Farinha total	338	0,69	
Moinho Industrial	19-481	Farelo	42-1.080	3,40	Scudamore (2008)
		Farinha total	15-288	0,60	
Moinho ultracentrífugo	1.111	Farelo	1.516	1,36	Israel-Roming e Avram (2010)
		Farelinho	1.237	1,11	
		Farinha total	780	0,70	
Moinho Experimental Brabender Quadrumat Jr	12,6-15.059	Farelo	NA ⁽³⁾	2,00	Nishio et al. (2010) ⁽⁴⁾
		Farinha total		0,50	
Moinho Experimental Bühler (MLU-202)	178 (154-198)	Farelo	327	1,84	Kostelanska et al. (2011)
		Farinha total	116	0,65	
Moinho Industrial	16-481	Farelo	NA ⁽³⁾	2,82	Edwards et al. (2011)
		Farinha total		0,70	
Moinho Experimental Bühler (MLU-202)	193-15.095	Farelo	NA ⁽³⁾	1,62	
		Farinha total		0,78	
Moinho Experimental Brabender Quadrumat Sr	1.098 (308-3.426)	Farelo	1.910	1,73	Este estudo
		Farelinho	1.433	1,35	
		Farinha de quebra	820	0,76	
		Farinha de redução	661	0,62	
		Farinha total	723	0,67	

⁽¹⁾ Valores médios de concentração; ⁽²⁾ Valores médios, considerando CRel nos grãos limpos = 1,0; ⁽³⁾ Não apresentado; ⁽⁴⁾ Valores aproximados

Como mencionado anteriormente, a variação nos percentuais de endosperma, farelo e gérmen nas amostras de grãos de trigo, além das técnicas de moagem adotadas e a extensão da contaminação fúngica (CHELI et al., 2013), afetam os percentuais das frações obtidas na moagem, bem como a distribuição da contaminação. No presente estudo foi verificada correlação significativa entre a concentração de DON na farinha total e o percentual de farelo ($r=0,46$, $p=0,01$) e farinha total ($r=-0,44$, $p=0,01$).

Edwards et al. (2011) comparando a CRel de DON entre as frações obtidas em moinho Bühler, verificaram diferença significava ($p<0,001$) entre a CRel de DON no farelo e farelinho, assim como foi constatado para essas mesmas frações no presente estudo ($p\leq 0,05$). No entanto os autores não verificaram diferença significativa ($p=0,96$) entre a CRel de farinha de quebra e farinha de redução, diferentemente do que foi averiguado no presente estudo, onde houve diferença significativa ($p\leq 0,05$) entre essas frações.

Realizando uma comparação entre os valores de CRel em cada fração dos estudos apresentados na Tabela 6, verificou-se que a CRel média de DON no farelo foi de 1,93 e a mediana de 1,73, que foi a média encontrada no presente estudo. Além disso, pode-se observar que as maiores concentrações de DON no farelo foram provenientes da moagem em moinho industrial. De acordo com Edwards et al. (2011), essa variabilidade na concentração de DON pode ser atribuída em parte ao processo de amostragem do farelo durante a moagem em escala industrial.

No farelinho a CRel média de DON foi de 1,30 (Tabela 6). Apesar de serem avaliados em apenas três estudos, onde dois deles utilizaram moinho Bühler, essa média foi próxima à encontrada no presente estudo (CRel=1,35).

Cheli et al. (2013) realizaram um estudo comparativo para avaliar a distribuição de DON nas frações da moagem, empregando diferentes moinhos e concentrações de DON, e verificaram que apesar da existência de similaridade na distribuição de DON nas frações, foi observada diferença significativa entre a CRel de DON no farelo e farelinho, assim como verificado no presente estudo ($p\leq 0,05$).

Quanto à farinha total, esta apresentou CRel média de DON de 0,67 e mediana de 0,69 (Tabela 6). Tais valores mostraram-se semelhantes à média encontrada neste estudo (CRel=0,67), considerando que foram utilizados diferentes tipos de moinhos para comparação.

Nas farinhas de quebra e farinha de redução, a existência de poucos dados de CRel entre os estudos resumidos na Tabela 6, dificulta o estabelecimento de comparações. No entanto, a CRel média de DON foi de 0,54 na farinha de quebra e 0,47 na farinha de redução. Neste estudo foi verificada uma menor redução na concentração de DON para estas farinhas, quando comparadas aos grãos limpos (CRel de DON de 0,76 e 0,62 para farinha de quebra e redução, respectivamente).

Considerando os LMT em vigência no Brasil (BRASIL, 2011) de 2.000 e 1.750 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ para DON nas frações de farelo e farinha de trigo, respectivamente, das 30 amostras avaliadas, 15 amostras de farelo (50%) e 1 amostra de farinha (3%), encontravam-se acima do LMT. Já com a redução dos LMT previstos para 2017 (BRASIL, 2013), de 1.000 e 750 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ para DON nas frações de farelo e farinha de trigo, respectivamente, esses números subiriam para 22 amostras de farelo (73%) e 16 amostras de farinha (53%). Por outro lado, considerando-se a legislação da Comunidade Européia (COMMISSION REGULATION, 2006) 25 amostras de farelo (83%) e 16 amostras de farinha (53%) estavam acima do LMT de 750 $\mu\text{g.kg}^{-1}$, tanto para farelo quanto para farinha.

Além disso, os resultados da CRel de DON observados neste estudo demonstraram que nas condições de moagem experimental de grãos de trigo com concentração de DON igual a 3.000 $\mu\text{g.kg}^{-1}$, que será o LMT para grãos que serão processados em 2017 (BRASIL, 2013), poderão ser produzidos farelos e farinhas com contaminação acima dos LMT para DON estabelecidos para esses produtos na mesma resolução. Nestas circunstâncias o farelo obtido poderá apresentar concentração média de DON de 5.190 $\mu\text{g.kg}^{-1}$ (3.720 a 6.870 $\mu\text{g.kg}^{-1}$), portanto acima do LMT de 1.000 $\mu\text{g.kg}^{-1}$. Para a farinha total a concentração média de DON será de 2.010 $\mu\text{g.kg}^{-1}$, 2,7 vezes acima do LMT estabelecido para 2017. Mesmo que se considerasse a menor CRel observada (0,49) na Tabela 6, para concentração de DON em farinha, o valor obtido seria de 1.200 $\mu\text{g.kg}^{-1}$, também acima do LMT de 750 $\mu\text{g.kg}^{-1}$.

Vários estudos tem reportado a distribuição de DON utilizando moinhos experimentais (Tabela 6), no entanto essa informação ainda se restringe a outros países, onde o principal moinho utilizado é o Bühler.

Estudos em escala piloto ou laboratorial podem fornecer bons modelos de previsão, no entanto não garantem que o processo de moagem ocorra da mesma forma como na moagem comercial (CHELI et al., 2013). Dessa forma, diferentes

tecnologias de moagem adotadas para avaliar a distribuição de DON nas frações da moagem podem não ser equivalentes, como a moagem em escala laboratorial, escala piloto ou industrial (CHELI et al., 2010, 2013; LANCOVA et al., 2008; PALPACELLI; BECO; CIANI, 2007).

A avaliação da moagem industrial é um desafio, tendo em vista a complexidade dessa tecnologia, apresentando etapas durante o processamento que podem influenciar diferentemente na distribuição das micotoxinas nas frações da moagem de trigo (CHELI et al., 2013).

4.5 Efeito do processo de limpeza na concentração de DON em trigo

Para o cálculo do percentual do resíduo total da limpeza dos grãos de trigo foram utilizados os valores em peso desta fração obtidos de 23 amostras e o resultado médio foi de 15,8%, variando de 6,9 a 23,1%. Nas 7 amostras de trigo nas quais o percentual de resíduo de limpeza não foi calculado, a fração foi separada e analisada quanto à concentração de DON.

Segundo Edwards et al. (2011), a proporção de resíduo obtido da limpeza do trigo varia em função do tamanho e da umidade dos grãos na colheita, no ajuste realizado da colhedora na etapa de colheita e se o trigo foi limpo antes de ser armazenado/comercializado.

Os resultados da concentração de DON nos grãos de trigo em seu estado original, nos grãos de trigo limpos e no resíduo de limpeza estão apresentados na Tabela 7, bem como na Figura 10. No Apêndice E encontram-se relacionados os resultados obtidos separadamente em cada amostra.

Tabela 7 – Concentração de DON no grão em seu estado original, grãos limpos e resíduo de limpeza

Produto	Concentração de DON ($\mu\text{g.kg}^{-1}$)	Desvio padrão
Grãos no estado original	1.403 b ⁽¹⁾	1.086
Grãos limpos	1.098 b	696
Resíduo de limpeza	4.047 a	3.371

⁽¹⁾ Médias em escala original, seguidas de mesma letra na coluna, não diferem entre si pelo teste de Tukey ao nível de 5% de significância, em análise estatística com dados transformados. Para transformação realizada, ver o texto (item 3.6)

A concentração média de DON foi significativamente maior no resíduo de limpeza ($p \leq 0,05$), assim como reportado por Lancova et al. (2008) e Seitz et al. (1985), superando em 2,9 vezes os grãos em seu estado original e 3,7 vezes os grãos limpos. A remoção do resíduo de limpeza levou a uma redução média da concentração de DON nos grãos limpos de 22,5%, variando de 5,5 a 37,7% (Figura 10). No entanto, não se observou diferença estatística entre a concentração de DON dos grãos limpos e grãos no seu estado original.

Figura 10 – Concentração de DON nas amostras de grãos em seu estado original, grãos limpos e resíduo de limpeza. O gráfico de caixas representa a média (◇), mediana (—), 50% dos resultados (inseridos na caixa), os valores máximo (⌈), mínimo (⊥) e os extremos (○). Os dados plotados correspondem à escala original dos valores

Informações sobre as práticas realizadas pelos produtores na etapa de pós-colheita de grãos de trigo, como a possível limpeza dos mesmos antes de serem comercializados, nem sempre são disponíveis (SCUDAMORE, 2008). Por esse motivo, o efeito da limpeza na redução de DON é tão variável entre os resultados observados em outros trabalhos (ABBAS et al., 1985; CHELI et al., 2013;

EDWARDS et al., 2011; LANCOVA et al., 2008; SEITZ et al., 1985; YOUNG et al., 1984).

Estudos envolvendo o efeito do processo de limpeza na concentração de DON em trigo estão resumidos na Tabela 8. Tendo em vista as diferentes abordagens entre os estudos, verificou-se que o percentual de resíduo variou de 0,2 a 8,8% e o percentual da diminuição da contaminação por DON nos grãos limpos de -8 a 59%.

Tabela 8 – Resultados de estudos do efeito do processo de limpeza na concentração de DON em trigo

Procedimento de limpeza	Resíduo ⁽¹⁾ (%)	Concentração DON ⁽¹⁾ ($\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$)	Redução DON ⁽¹⁾ (%)	Referência
Carter Dockage Tester	NI ⁽²⁾	Trigo (8.700) Trigo limpo (7.560)	13,2 (5,5 a 19)	Abbas et al. (1985)
Limpador comercial	NI ⁽²⁾	Trigo (79) Trigo limpo (35)	48,0 (-8 a 78)	Scudamore e Patel (2008)
Labofix Brabender adaptado	6,0 (3,0-8,8)	Trigo (1.024) Trigo limpo (492) Resíduo (2.724)	51,6 (45 a 59)	Lancova et al. (2008)
Carter-Day Dockage Tester	1,4 (0,2-3,5)	Trigo (193-15.095)	7	Edwards et al. (2011)
Labofix Brabender	15,8 (6,9-23,1)	Trigo (1.403) Trigo limpo (1.098) Resíduo (4.047)	22,5 (5,5-37,7)	Este estudo

⁽¹⁾ Valores médios

⁽²⁾ NI = não informado

Considerando que as maiores concentrações de DON estão localizadas no resíduo de limpeza, a presença de elevada quantidade de resíduo em amostra remeterá à maiores níveis de redução e, portanto, quanto mais rigoroso for o processo de limpeza, maior será a redução obtida (SCUDAMORE; PATEL, 2008). No entanto, não se observou nesse estudo correlação significativa entre o percentual de resíduo de limpeza e a concentração de DON nos grãos limpos ($r=-0,21$, $p=0,34$).

Embora no processo de limpeza sejam retirados os grãos quebrados e leves, normalmente infectados por *F. graminearum*, ainda permanecem os grãos infectados que apresentam tamanhos e pesos próximos aos normais, aparentemente sadios e que não podem ser removidos seletivamente através do emprego de limpadores de

grãos, dificultando no controle da contaminação por DON (KUSHIRO, 2008; SEITZ et al., 1985).

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Este estudo mostra que a moagem experimental pode ser uma importante ferramenta a ser utilizada pelos moinhos na avaliação da qualidade dos produtos de moagem quanto à contaminação por DON, visando atender a legislação e garantir ao consumidor final a possibilidade da aquisição de produtos seguros.

Dada à importância do entendimento da forma como ocorre a distribuição de DON nas frações da moagem de trigo, a realização de estudos experimentais, poderá fornecer base técnica para o gerenciamento da contaminação, reduzir a exposição humana e animal ao DON e dar subsídios para as agências regulamentadoras no estabelecimento e ou revisão dos LMT.

Em moagem comercial, estudos dessa natureza tem se mostrado um desafio em função da complexidade dessa tecnologia e da variabilidade decorrente da amostragem e do grande volume de trigo processado. Para tanto, se faz necessário o estabelecimento de comparações entre estudos experimentais com os diversos processos de moagem comercial.

6 CONCLUSÕES

- As determinações de peso do hectolitro, cinza nos grãos e farinha, umidade nos grãos e farinha e rendimento de extração de farinha, asseguraram a qualidade tecnológica e comercial das amostras de trigo analisadas.
- A moagem experimental de grãos de trigo em moinho Brabender Quadrumat Senior produziu em média 28,5% de farelo, 5,8% de farelinho, 27,9% de farinha de quebra, 37,8% de farinha de redução e 65,7% de farinha total.
- As concentrações de DON verificadas no farelo e farelinho foram significativamente maiores quando comparadas com as frações de farinhas ($p \leq 0,05$), as quais não diferiram entre si ($p > 0,05$). Por sua vez, a concentração de DON nos grãos limpos foi inferior à do farelo, semelhante à do farelinho e à da farinha total.
- A concentração relativa de DON variou significativamente entre as frações ($p \leq 0,05$), sendo a concentração de DON em média 73% maior no farelo e 35% maior no farelinho, comparada à concentração inicial nos grãos limpos. Na farinha de quebra, farinha de redução e farinha total a concentração foi em média 24%, 38% e 33% menor que nos grãos limpos, respectivamente.
- De acordo com as legislações vigentes para DON, 50% das amostras de farelo e 3% das amostras de farinha não atenderiam ao Limite Máximo Tolerável (LMT) estabelecido no Brasil pela ANVISA de $2.000 \mu\text{g.kg}^{-1}$ e $1.750 \mu\text{g.kg}^{-1}$, respectivamente. Enquanto que, 83% das amostras de farelo e 53% das amostras de farinha não atenderiam ao LMT permitido pela Comunidade Europeia de $750 \mu\text{g.kg}^{-1}$.
- Considerando os LMT previstos para 2017 ($1.000 \mu\text{g.kg}^{-1}$ para farelo e $750 \mu\text{g.kg}^{-1}$ para farinha), 73% das amostras de farelo e 53% das amostras de farinha estariam acima do LMT.
- O percentual obtido de resíduo de limpeza e a eficiência na redução de DON nos grãos limpos foram variáveis. O percentual obtido em resíduo de limpeza foi de 6,9 a 23,2%. Já o percentual de redução de DON nos grãos limpos variou de 5,5 a 37,3%.
- Os resultados observados neste estudo demonstraram que a moagem experimental de grãos de trigo com contaminação igual a $3.000 \mu\text{g.kg}^{-1}$, que

será o LMT para grãos para posterior processamento em 2017, poderá acarretar a produção de farelos e farinhas com contaminação acima do LMT previsto nesta mesma resolução, de $1.000 \mu\text{g.kg}^{-1}$ e $750 \mu\text{g.kg}^{-1}$, respectivamente.

REFERÊNCIAS

ABBAS, H.K.; MIROCHA, C.J.; PAWLOSKY, R.J.; PUSCH, D.J. Effect of cleaning, milling, and baking on deoxynivalenol in wheat. **Applied and Environmental Microbiology**, Washington, v. 50, n. 2, p. 482-486, 1985.

AMORIM, M.V.F.S. **Desenvolvimento de um novo processo de limpeza e condicionamento de grãos de trigo**. 2007. 70 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2007.

ATWELL, W.A. **Wheat flour**. Saint Paul: Eagan Press, 2001. 134 p. (Handbook Series).

AWAD, W.A.; RAZZAZI-FAZELI, E.; BOHM, J.; ZENTEK, J. Effects of B-trichothecenes on luminal glucose transport across the isolated jejunal epithelium of broiler chickens. **Journal of Animal Physiology and Animal Nutrition**, Berlin, v. 92, n. 3, p. 225-230, 2008.

BAASANDORJ, T.; MANTHEY, F.A.; SIMSEK, S. Effect of kernel size and mill type on milling yield and end-use quality of hard red spring wheat. **Cereal Foods World**, Saint Paul, v. 58, n. 4, p. A33, 2013. Apresentado no AACC INTERNATIONAL ANNUAL MEETING, nº, 2013, Albuquerque. Book of abstracts.

BADIALE-FURLONG, E.; SOARES, V.M.L.; LASCA, C.C.; KOHARA, Y.E. Mycotoxins and fungi in wheat stored in elevators in the state of Rio Grande do Sul, Brasil. **Food Additives and Contaminants**, Abingdon, v. 12, n. 5, p. 683-688, 1995.

BARAJ, E.; BADIALE-FURLONG, E. Procedimento para determinação simultânea dos tricotecnos desoxinivalenol e toxina T-2. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, São Paulo, v. 62, n. 2, p. 95-104, 2003.

BECHTEL, D.B.; KALEIKAU, L.A.; GAINES, R.L.; SEITZ, L.M. The effects of *Fusarium graminearum* infection on wheat kernels. **Cereal Chemistry**, Saint Paul, v. 62, n. 3, p.191-197, 1985.

BEQUETTE, R.K. Influence of variety and “environment” on wheat quality. **Association of Operative Millers Bulletin**, Leawood, p. 5443-5450, 1989.

BOTTALICO, A.; PERRONE, G. Toxigenic *Fusarium* associated with head blight in small-grain cereals in Europe. **European Journal of Plant Pathology**, Dordrecht, v. 108, n. 7, p. 611-624, 2002.

BOX, G.E.P.; COX, D.R. An analysis of transformations. **Journal of the Royal Statistical Society: Series B**. London, v. 26, n. 2, p. 211-252, 1964.

BRABENDER. **Quadrumat® senior**. Deusburg, 2011. 2 p.

_____. **Rapid moisture tester HAV**: instruction manual. Deusburg, 1982. 4 p.

_____. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 8, de 2 de junho de 2005. Regulamento Técnico de identidade e qualidade da farinha de trigo. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 03 jun. 2005. Seção 1, n. 105, p. 91.

_____. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 38, de 30 de novembro de 2010. Regulamento Técnico do trigo. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 01 dez. 2010. Seção 1, n. 29, p. 2.

_____. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 7, de 2011. Regulamento Técnico sobre limites máximos tolerados (LMT) para micotoxinas em alimentos. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 18 fev. 2011. Seção 1, n. 46, p. 66-67.

_____. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 59, de 2013. Dispõe sobre a prorrogação dos prazos estabelecidos nos artigos 11 e 12 e respectivos anexos III e IV da Resolução da Diretoria Colegiada RDC n. 7, de 18 de fevereiro de 2011 que dispõe limites máximos tolerados (LMT) para micotoxinas em alimentos. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 26 dez. 2013. Seção 1, n. 252, p. 756.

BRUNETTA, D.; DOTTO, S.R.; FRANCO, F.A.; BASSOI, M.C. **Cultivares de trigo do Paraná: rendimento, características agrônômicas e qualidade industrial**. Londrina: Embrapa, CNPSo, 1997. 48 p. (Embrapa. CNPSo. Circular Técnica, 18).

CALORI-DOMINGUES, M.A. **Efeito da interação genótipo x ambiente no Estado de São Paulo sobre parâmetros de qualidade do trigo e nas características físico-químicas e funcionais do amido**. 2002. 161 p. Tese (Doutorado em Tecnologia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2002.

CALORI-DOMINGUES, M.A.; ALMEIDA, R.R.; TOMIWAKA, M.M.; GALLO, C.R.; GLORIA, E.M.; DIAS, C.T.S. Ocorrência de desoxinivalenol em trigo nacional e importado utilizado no Brasil. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 27, n. 1, p. 181-185, 2007.

CALORI-DOMINGUES, M.A.; BERNARDI, C.M.G.; NARDIN, M.S.; SOUZA, G.V.; SANTOS, F.G.R.; STEIN, M.A.; GLORIA, E.M.; DIAS, C.T.S. Deoxynivalenol, nivalenol and zearalenone in wheat: occurrence and distribution in Brazil. In: ISM-MYCORED INTERNATIONAL CONFERENCE EUROPE, 2013, Martina Franca. **Global mycotoxin reduction strategies: book of abstracts...** Martina Franca: Editora, 2013. p. O47.

CAMARGO, C.R.O.; CAMARGO, C.E.O. Trigo: avaliação tecnológica de novas linhagens. **Bragantia**, Campinas, v. 46, n. 2, p. 169-181, 1987.

CARNEIRO, L.M.T.A.; BIAGI, J.D.; FREITAS, J.G.; CARNEIRO, M.C.; FELÍCIO, J.C. Diferentes épocas de colheita, secagem e armazenamento na qualidade de grãos de trigo comum e duro. **Bragantia**, Campinas, v. 64, n. 1, p. 127-137, 2005.

CARSON, G.R.; EDWARDS, N.M. Criteria of wheat and flour quality. In: KHAN, K.; SHEWRY, P.R. **Wheat: chemistry and technology**. 4th ed. Saint Paul: American Association of Cereal Chemists, 2009. chap. 4, p. 97-118.

CHELI, F.; PINOTTI, L.; ROSSI, L.; DELL'ORTO, V. Effect of milling procedures on mycotoxins distribution in wheat fractions: a review. **LWT - Food Science and Technology**, London, v. 54, n. 2, p. 307-314, 2013.

CHELI, F.; CAMPAGNOLI, A.; VENTURA, V.; BRERA, C.; BERDINI, C.; PALMACCIO, E.; DELL'ORTO, V. Effects of industrial processing on the distributions of deoxynivalenol, cadmium and lead in durum wheat milling fractions. **LWT - Food Science and Technology**, London, v. 43, n. 7, p. 1050-1057, 2010.

CODEX ALIMENTARIUS COMMISSION. Codex Committee on Contaminants in Food. **Draft maximum levels for deoxynivalenol (DON) in cereals and cereal-based products and associated sampling plans (at step 7)**. Hague, 2014. 2 p.

COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION. **CEN EN 15891**: foodstuffs; determination of deoxynivalenol in cereals, cereal products and cereal based foods for infants and young children - HPLC method with immunoaffinity column cleanup and UV detection. Brussels, 2010. 24 p.

COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO. **Perspectivas para a agropecuária: safra 2013/2014**. Brasília, 2013. 154 p.

_____. **Acompanhamento da safra brasileira de grãos: safra 2013/14**. Brasília, 2014. 67 p.

COSTA, M.G.; SOUZA, E.L.; STAMFORD, T.L.M.; ANDRADE, S.A.C. Qualidade tecnológica de grãos e farinhas de trigo nacionais e importados. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 28, n. 1, p. 220-225, 2008.

COUNCIL FOR AGRICULTURAL SCIENCE AND TECHNOLOGY. **Mycotoxins: risks in plant, animal, and human systems**. Ames, 2003. 109 p. (CAST. Task force report, 139).

CREPPY, E.E. Update of survey, regulation and toxic effects of mycotoxins in Europe. **Toxicology Letters**, Amsterdam, v. 127, n. 1/3, p. 19-28, 2002.

DANICKE, S.; PAHLOW, G.; BEYER, M.; GOYARTS, T.; BREVES, G.; VALENTA, H.; HUMPF, H.U. Investigations on the kinetics of the concentration of deoxynivalenol (DON) and on spoilage by moulds and yeasts of wheat grain preserved with sodium metabisulfite ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$, SBS) and propionic acid at various moisture contents. **Archives of Animal Nutrition**, Abingdon, v. 64, n. 3, p. 190-203, 2010.

DEL PONTE, E.M.; FERNANDES, J.M.C.; BERGSTROM, G.C. Influence of growth stage on *Fusarium* head blight and deoxynivalenol production in wheat. **Journal of Phytopathology**, Berlin, v. 155, n. 10, p. 577-581, 2007.

DEL PONTE, E.M.; GARDA-BUFFON, J.; BADIALE-FURLONG, E. Deoxynivalenol and nivalenol in commercial wheat grain related to *Fusarium* head blight epidemics in southern Brazil. **Food Chemistry**, London, v. 132, n. 2, p. 1087-1091, 2012.

DEL PONTE, E.M.; FERNANDES, J.M.C.; PIEROBOM, C.R.; BERGSTROM, G.C. Giberela do trigo: aspectos epidemiológicos e modelos de previsão. **Fitopatologia Brasileira**, Brasília, v. 29, n. 6, p. 587-605, 2004.

DELCOUR, J.A.; HOSENEY, R.C. Structure of cereals. In: _____. **Principles of cereal science and technology**. 3rd ed. Saint Paul: AACC International, 2010. chap. 1, p. 1-22.

DELIBERALI, J.; OLIVEIRA, M.; DURIGON, A.; DIAS, A.R.G.D.; GUTKOSKI, L.C.; ELIAS, M.C. Efeitos de processo de secagem e tempo de armazenamento na qualidade tecnológica de trigo. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v. 34, n. 5, p. 1285-1292, 2010.

DENCIC, S.; MLADENOV, N.; KOBILJSKI, B. Effects of genotype and environment on breadmaking quality in wheat. **International Journal of Plant Production**, Gorgan, v. 5, n. 1, p. 71-82, 2011.

DEXTER, J.E.; CLEAR, R.M.; PRESTON, K.R. *Fusarium* head blight: effect on the milling and baking of some Canadian wheats. **Cereal Chemistry**, Saint Paul, v. 73, n. 6, p. 695-701, 1996.

EDWARDS, S.G.; DICKIN, E.T.; MacDONALD, S.; BUTTLER, D.; HAZEL, C.M.; PATEL, S.; SCUDAMORE, K.A. Distribution of *Fusarium* mycotoxins in UK wheat mill fractions. **Food Additives and Contaminants: Part A - Chemistry, Analysis, Control, Exposure and Risk Assessment**, London, v. 28, n. 12, p. 1694-1704, 2011.

EL-DASH, A.A. **Fundamentos da tecnologia de moagem**. São Paulo: Secretaria da Indústria, Comércio e Tecnologia, 1982. 400 p. (Série Tecnologia Agroindustrial, 6).

ELIAS, M.C.; LOPES, V.; GUTKOSKI, L.C.; OLIVEIRA, M.; MAZZUTTI, S.; DIAS, A.R.G. Umidade de colheita, métodos de secagem e tempo de armazenamento na qualidade tecnológica de grãos de trigo (cv. 'Embrapa 16'). **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 39, n. 1, p. 25-30, 2009.

ERIKSEN, G.S.; PETTERSSON, H.; LINDBERG, J.E. Absorption, metabolism and excretion of 3-acetyl DON in pigs. **Archives of Animal Nutrition**, Abingdon, v. 57, n. 5, p. 335-345, 2003.

EUROPEAN COMMUNITIES. Commission Regulation (EC) nº 1881/2006 of 19 December 2006 setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs. **Official Journal of the European Communities**, Brussels, L. 364, p. 5-24, 2006a.

_____. Commission Regulation (EC) n° 401/2006 of 23 February 2006 laying down the methods of sampling and analysis for the official control of the levels of mycotoxins in foodstuffs. **Official Journal of the European Union**, Brussels, L. 70, p. 12-34, 2006b.

EUROPEAN FOOD SAFETY AUTHORITY. Opinion of the scientific panel on contaminants in the food chain on a request from the commission related to deoxynivalenol (DON) as undesirable substance in animal feed. **The EFSA Journal**, Brussels, v. 73, p. 1-42, 2004.

FAO. **Crop prospects and food situation**. Rome, 2014. 40 p.

FELÍCIO, J.C.; CAMARGO, C.E.O.; CHAVES, M.S.; FERREIRA FILHO, A.W.P. Potencial produtivo, resistência à ferrugem da folha e qualidade industrial da farinha em genótipos de trigo. **Bragantia**, Campinas, v. 69, n. 4, p. 787-796, 2010.

FELÍCIO, J.C.; CAMARGO, C.E.O.; GERMANI, R.; MAGNO, C.P.R.S. Interação entre genótipos e ambiente na produtividade e na qualidade tecnológica dos grãos de trigo no Estado de São Paulo. **Bragantia**, Campinas, v. 57, n. 1, p. 149-161, 1998.

FELÍCIO, J.C.; CAMARGO, C.E.O.; GERMANI, R.; FREITAS, J.G.; FERREIRA FILHO, A.W.P. Rendimento de grãos e qualidade tecnológica de genótipos de trigo em três zonas tritícolas do Estado de São Paulo no biênio 1994-95. **Bragantia**, Campinas, v. 59, n. 1, p. 59-68, 2000.

FELÍCIO, J.C.; CAMARGO, C.E.O.; PEREIRA, J.C.V.N.A.; GERMANI, R.; GALLO, P.B.; CASTRO, J.L.; FERREIRA FILHO, A.W.P. Potencial de rendimento de grãos e outras características agronômicas e tecnológicas de novos genótipos de trigo. **Bragantia**, Campinas, v. 65, n. 2, p. 227-243, 2006.

FERREIRA, R.A. Trigo: o alimento mais produzido no mundo. **Nutrição Brasil**, Campinas, v. 2, n. 1, p. 45-52, 2003.

FISTES, A.; RAKIC, D.; TAKACI, A. The function for estimating the separation efficiency of the wheat flour milling process. **Journal of Food Science and Technology**, New Delhi, v. 50, n. 3, p. 609-614, 2013.

FRANCESCHI, L.; BENIN, G.; GUARIENTI, E.; MARCHIORO, V.S.; MARTIN, T.N. Fatores pré-colheita que afetam a qualidade tecnológica de trigo. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 39, n. 5, p. 1624-1631, 2009.

GARTNER, B.H.; MUNICH, M.; KLEIJER, G.; MASCHER, F. Characterization of kernel resistance against *Fusarium* infection in spring wheat by baking quality and mycotoxin assessments. **European Journal of Plant Pathology**, Dordrecht, v. 120, n. 1, p. 61-68, 2008.

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

GERMANI, R.; CARVALHO, J.L.V. Physical characteristics of Brazilian wheat and their utilization as an indication of flour extraction. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, Curitiba, v. 42, n. 1, p. 0-0, 1999.

GONZÁLEZ, H.H.L.; MARTINEZ, E.J.; PACIN, A.; RESNIK, S.L. Relationship between *Fusarium graminearum* and *Alternaria alternata* contamination and deoxynivalenol occurrence on Argentinean durum wheat. **Mycopathologia**, Den Haag, v. 144, n. 2, p. 97-102, 1999.

GUARIENTI, E.M. **Qualidade industrial de trigo**. 2. ed. Passo Fundo: EMBRAPA, Centro Nacional de Pesquisa de Trigo, 1996. 36 p. (Documentos, 27).

GUARIENTI, E.M.; SANTOS, H.P.; LHAMBY, J.C.B. Influência do manejo do solo e da rotação de culturas na qualidade industrial do trigo. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 35, n. 12, p. 2375-2382, 2000.

GUARIENTI, E.M.; CIACCO, C.F.; CUNHA, G.R.; DEL DUCA, L.J.A.; CAMARGO, C.M.O. Avaliação do efeito de variáveis meteorológicas na qualidade industrial e no rendimento de grãos de trigo pelo emprego de análise de componentes principais. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 23, n. 3, p. 500-510, 2003.

_____. Influência das temperaturas mínima e máxima em características de qualidade industrial e em rendimento de grãos de trigo. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 24, n. 4, p. 505-515, 2004.

GUTKOSKI, L.C.; JACOBSEN NETO, R. Procedimento para teste laboratorial de panificação: pão tipo forma. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 32, n. 5, p. 873-879, 2002.

GUTKOSKI, L.C.; ANTUNES, E.; ROMAN, I.T. Avaliação do grau de extração de farinhas de trigo e de moinho em moinho tipo colonial. **Boletim do Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**, Curitiba, v. 17, n. 2, p. 153-166, 1999.

GUTKOSKI, L.C.; NODARI, M.L.; JACOBSEN NETO, R. Avaliação de farinhas de trigo cultivados no Rio Grande do Sul na produção de biscoitos. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 23, p. 91-97, 2003. Suplemento.

GUTTIERI, M.; BOWEN, D.; DORSCH, J.A.; RABOY, V.; SOUZA, E. Identification and characterization of a low phytic acid wheat. **Crop Science**, Madison, v. 44, n. 2, p. 418-424, 2004.

HALVERSON, J.; ZELENY, L. Criteria of wheat quality. In: POMERANZ, Y. **Wheat: chemistry and technology**. 3rd ed. Saint Paul: American Association of Cereal Chemists, 1988. chap. 2, p. 15-45.

HAZEL, C.M.; PATEL, S. Influence of processing on trichothecene levels. **Toxicology Letters**, London, v. 153, n. 1, p. 51-59, 2004.

HOSENEY, R.C. Structure of cereals. In: _____. **Principles of cereal science and technology**. Saint Paul: AACC International, 1986. chap. 1, p. 1-31.

INTERNATIONAL AGENCY FOR RESEARCH ON CANCER. Some traditional herbal medicines, some mycotoxins, naphthalene and styrene. **IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans**, Lyon, v. 82, p. 283, 2002.

INTERNATIONAL ASSOCIATION FOR CEREAL CHEMISTRY. **ICC standard method n° 104/1**: determination of ash in cereals and cereal products. Detmold, 1990. 4 p.

ISRAEL-ROMING, F.; AVRAM, M. Deoxynivalenol stability during wheat processing. **Romanian Biotechnological Letters**, Bucharest, v. 15, n. 3, p. 47-50, 2010.

JEFFERS, H.C.; RUBENTHALER, G.L. Effect of roll temperature on flour yield with the Brabender Quadrumat experimental mills. **Cereal Chemistry**, Saint Paul, v. 54, n. 5, p. 1018-1025, 1977.

KAMIMURA, H. Removal of mycotoxins during food processing. In: In: INTERNATIONAL IUPAC SYMPOSIUM ON MYCOTOXINS AND PHYCOTOXINS, 7., 1988, Tokyo. **Mycotoxins and phycotoxins '88**: a collection of invited papers... Amsterdam: Elsevier Science, 1989. chap. 16, p. 169-176. (Series Bioactive Molecules, 10).

KIM, Y.S.; FLORES, R.A.; DEYOE, C.W.; CHUNG, O.K. Relation of physical characteristics of wheat blends and experimental milling to some commercial milling performance parameters. **Applied Engineering in Agriculture**, Saint Joseph, v. 11, n. 5, p. 699-706, 1995.

KOSTELANSKA, M.; DZUMAN, Z.; MALACHOVA, A.; CAPOUCHOVA, I.; PROKINOVA, E.; SKERIKOVA, A.; HAJLSLOVA, J. Effects of milling and baking technologies on levels of deoxynivalenol and its masked form deoxynivalenol-3-glucoside. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 59, n. 17, p. 9303-9312, 2011.

KRSKA, R.; WELZIG, E.; BOUDRA, H. Analysis of *Fusarium* toxins in feed. **Animal Feed Science and Technology**, Amsterdam, v. 137, n. 3/, p. 241-264, 2007.

KUSHIRO, M. Effects of milling and cooking processes on the deoxynivalenol content in wheat. **International Journal of Molecular Sciences**, Basel, v. 9, n. 11, p. 2127-2145, 2008.

LAMARDO, L.C.A.; NAVAS, S.A.; SABINO, M. Desoxinivalenol (DON) em trigo e farinha de trigo comercializados na cidade de São Paulo. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, São Paulo, v. 65, n. 1, p. 32-35, 2006.

LANCOVA, K.; HAJLSLOVA, J.; KOSTELANSKA, M.; KOHOUTKOVA, J.; NEDELNIK, J.; MORAVCOVA, H.; VANOVA, M. Fate of trichothecene mycotoxins during the processing: milling and baking. **Food Additives and Contaminants: Part A - Chemistry, Analysis, Control, Exposure and Risk Assessment**, Abingdon, v. 25, n. 5, p. 650-659, 2008.

LARSEN, J.C.; HUNT, J.; PERRIN, I.; RUCKENBAUER, P. Workshop on trichothecenes with a focus on DON: summary report. **Toxicology Letters**, Amsterdam, v. 153, n. 1, p. 1-22, Oct. 2004.

LEE, U.S.; JANG, H.S.; TANAKA, T.; OH, Y.J.; CHO, C.M.; UENO, Y. Effect of milling on decontamination of *Fusarium* mycotoxins nivalenol, deoxynivalenol, and zearalenone in Korean wheat. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 35, n. 1, p. 126-129, 1987.

LUKOW, O.M.; ZHANG, H.; CZARNECKI, E. Milling, rheological, and end-use quality of Chinese and Canadian spring wheat cultivars. **Cereal Chemistry**, Saint Paul, v. 67, n. 2, p. 170-176, 1990.

MANDARINO, J.M.G. **Aspectos importantes para qualidade do trigo**. Londrina: EMBRAPA, CNPSo, 1993. 32 p. (Documentos, 60).

MARTINS, R.R. **Secagem intermitente com fluxo cruzado e altas temperaturas e sua influência na qualidade do trigo duro (*Triticum durum* L.)**. 1997. 160 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) – Faculdade de Engenharia Agrícola, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 1997.

MILLER, J.D. Fungi and mycotoxins in grain: implications for stored product research. **Journal of Stored Products Research**, Oxford, v. 31, n. 1, p. 1-16, 1995.

MOTOMCO. **Manual de instruções – medidor de umidade Motomco 919ES**: versão BC1. Peterson, 2001. 2 p.

MURPHY, P.A.; HENDRICH, S.; LANDGREN, C.; BRYANT, C.M. Food mycotoxins: an update. **Journal of Food Science**, Chicago, v. 71, n. 5, p. R51-65, 2006.

NEGRINI, O.; SPILLMAN, C.K.; WANG, Y.J.; CHUNG, D.S.; STEELE, J.L.; POSNER, E. Evaluation of laboratory grain cleaning and separating equipment. Part II. **Transactions of the ASAE**, Saint Joseph, v. 37, n. 6, p. 913-918, 1994.

NEUMANN, G.; LOMBAERT, G.A.; KOTELLO, S.; FEDOROWICH, N. Determination of deoxynivalenol in soft wheat by immunoaffinity column cleanup and LC-UV detection: interlaboratory study. **Journal of AOAC International**, Arlington, v. 92, n. 1, p. 181-189, 2009.

NISHIO, Z.; TAKATA, K.; ITO, M.; TANIO, M.; TABIKI, T.; YAMAUCHI, H.; BAN, T. Deoxynivalenol distribution in flour and bran of spring wheat lines with different levels of *Fusarium* head blight resistance. **Plant Disease**, Saint Paul, v. 94, n. 3, p. 335-338, 2010.

NOWICKI, T.W.; GABA, D.G.; DEXTER, J.E.; MATSUO, R.R.; CLEAR, R.M. Retention of the *Fusarium* mycotoxin deoxynivalenol in wheat during processing and cooking of spaghetti and noodles. **Journal of Cereal Science**, London, v. 8, n. 2, p. 189-202, 1988.

OLIVEIRA, M.S.; PRADO, G.; ABRANTES, F.M.; SANTOS, L.G.; VELOSO, T. Incidência de aflatoxinas, desoxinivalenol e zearalenona em produtos comercializados em cidades do estado de Minas Gerais no período de 1998-2000. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, São Paulo, v. 61, n. 1, p. 1-6, 2002.

OMURTAG, Z.G.; BEYOGLU, D. Occurrence of deoxynivalenol (vomitoxin) in processed cereals and pulses in Turkey. **Food Additives and Contaminants**, London, v. 20, n. 4, p. 405-409, 2003.

PACIN, A.M.; RESNIK, S.L.; NEIRA, M.S.; MOLTÓ, G.; MARTÍNEZ, E. Natural occurrence of deoxynivalenol in wheat, wheat flour and bakery products in Argentina. **Food Additives and Contaminants**, London, v. 14, n. 4, p. 327-331, 1997.

PALPACELLI, V.; BECO, L.; CIANI, M. Vomitoxin and zearalenone content of soft wheat flour milled by different methods. **Journal of Food Protection**, Des Moines, v. 70, n. 2, p. 509-513, 2007.

PANISSON, E.; REIS, E.M.; BOLLER, W. Quantificação de propágulos de *Giberella zeae* no ar e infecção de anteras de trigo. **Fitopatologia Brasileira**, Brasília, v. 27, n. 5, p. 489-494, 2002.

PARRY, D.W.; JENKINSON, P.; McLEOD, L. *Fusarium* ear blight (scab) in small grain cereals - a review. **Plant Pathology**, Hoboken, v. 44, n. 2, p. 207-238, 1995.

PASCALE, M.; HAIDUKOWSKI, M.; LATTANZIO, V.M.; SILVESTRI, M.; RANIERI, R.; VISCONTI, A. Distribution of T-2 and HT-2 toxins in milling fractions of durum wheat. **Journal of Food Protection**, Des Moines, v. 74, n. 10, p. 1700-1707, 2011.

PERKOWSKI, J.; CHELKOWSKI, J.; WAKULINSKI, W. Mycotoxins in cereal grain. Part 13. Deoxynivalenol and 3-acetyl-deoxynivalenol in wheat kernels and chaff with head fusariosis symptoms. **Molecular Nutrition & Food Research**, Berlin, v. 34, n. 4, p. 325-328, 1990.

PESTKA, J.J. Toxicological mechanisms and potential health effects of deoxynivalenol and nivalenol. **World Mycotoxin Journal**, Bilthoven, v. 3, n. 4, p. 323-347, 2010.

PESTKA, J.J.; SMOLINSKI, A.T. Deoxynivalenol: toxicology and potential effects on humans. **Journal of Toxicology and Environmental Health, Part B: Critical Reviews**, London, v. 8, n. 1, p. 39-69, 2005.

PETERSON, C.J.; GRAYBOSCH, R.A.; SHELTON, D.R.; BAENZIGER, P.S. Baking quality of hard winter wheat: response of cultivars to environment in the great plains. **Euphytica**, Dordrecht, v. 100, n. 1-3, p. 157-162, 1998.

PINNOW, C.; BENIN, G.; VIOLA, R.; SILVA, C.L.; GUTKOSKI, L.C.; CASSOL, L.C. Qualidade industrial do trigo em resposta à adubação verde e doses de nitrogênio. **Bragantia**, Campinas, v. 72, n. 1, p. 20-28, 2013.

PINSON-GADAIS, L.; BARREAU, C.; CHAURAND, M.; GREGOIRE, S.; MONMARSON, M.; RICHARD-FORGET, F. Distribution of toxigenic *Fusarium* spp. and mycotoxin production in milling fractions of durum wheat. **Food Additives and Contaminants**, London, v. 24, n. 1, p. 53-62, 2007.

POMERANZ, Y. Grain quality. In: _____. **Modern cereal science and technology**. New York: VHC, 1987. chap. 7, p. 72-145.

POSNER, E.S. Wheat flour milling. In: KHAN, K.; SHEWRY, P.R. **Wheat: chemistry and technology**. 4th ed. Saint Paul: American Association of Cereal Chemists, 2009. chap. 5, p. 119-152.

POSNER, E.S.; HIBBS, A.N. **Wheat flour milling**. Saint Paul: American Association of Cereal Chemists, 1997. 341 p.

POURETEDAL, Z.; MESHKANI, A. Comparing determination of deoxynivalenol in cereals by HPLC using two different clean-up methods. **Research Journal of Biological Sciences**, Faisalabad, v. 3, n. 9, p. 968-972, 2008.

RASPER, V.F.; WALKER, C.E. Quality evaluation of cereals and cereal products. In: KULP, K.; PONTE JUNIOR, J.G. (Ed.) **Handbook of cereal science and technology**. 2nd ed. New York: Marcel Dekker, 2000. chap. 16, p. 505-537.

RICHARD, J.L. Mycotoxins: an overview. In: _____. (Ed.). **Romer™ labs' guide to mycotoxins**. v. 1. Union: Romer™ Labs, 2000a. v. 1, 48 p.

_____. Sampling and sample preparation for mycotoxin analysis. In: _____. (Ed.). **Romer™ labs' guide to mycotoxins**. Union: Romer™ Labs, 2000b. v. 2, 28 p.

RÍOS, G.; ZAKHIA-ROZIS, N.; CHAURAND, M.; RICHARD-FORGET, F.; SAMSON, M.F.; ABECASSIS, J.; LULLIEN-PELLERIN, V. Impact of durum wheat milling on deoxynivalenol distribution in the out coming fractions. **Food Additives and Contaminants: Part A - Chemistry, Analysis, Control, Exposure and Risk Assessment**, London, v. 26, n. 4, p. 487-495, 2009.

ROTTER, B.A.; PRELUSKY, D.B.; PESTKA, J.J. Toxicology of deoxynivalenol (vomitoxin). **Journal of Toxicology and Environmental Health**, Washington, v. 48, n. 1, p. 1-34, 1996.

SAHARAN, M.S.; KUMAR, J.; SHARMA, A.K.; NAGARAJAN, S. *Fusarium* head blight (FHB) or head scab of wheat: a review. **Proceedings of the Indian National Science Academy**, New Delhi, v. B70, n. 3, p. 255-267, 2004.

SAMAR, M.M.; RESNIK, S.L. Analytical methods for trichothecenes surveillance: an overview over the period 1990-2000. **Food Science and Technology International**, Thousand Oaks, v. 8, n. 5, p. 257-268, 2002.

SAMAR, M.M.; FONTÁN, C.F.; RESNIK, S.L.; PACIN, A.M.; CASTILLO, M.D. Distribution of deoxynivalenol in wheat, wheat flour, bran and gluten, and variability associated with the test procedure. **AOAC International**, Arlington, v. 86, n. 3, p. 551-556, 2003.

SANTOS, J.S.; SOUZA, T.M.; ONO, E.Y.; HASHIMOTO, E.H.; BASSOI, M.C.; MIRANDA, M.Z.; ITANO, E.N.; KAWAMURA, O.; HIROOKA, E.Y. Natural occurrence of deoxynivalenol in wheat from Paraná state, Brazil and estimated daily intake by wheat products. **Food Chemistry**, Barking, v. 138, n. 1, p. 90-95, 2013.

SANTOS, J.S.; OLIVEIRA, T.M.; MARTINS, L.M.; HASHIMOTO, E.H.; BASSOI, M. C.; PIRES, J.L.F.; MIRANDA, M.Z.; GARCIA, S.; ITANO, E.N.; ONO, E.Y.S.; KAWAMURA, O.; HIROOKA, E.Y. Monitoramento e nível de ingestão de desoxinivalenol por trigo. **Semina: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 32, n. 4, p. 1439-1450, 2011.

SCHAAFSMA, A.W.; TAMBURIC-ILINCIC, L.; HOOKER, D.C. Effect of previous crop, tillage, field size, adjacent crop, and sampling direction on airborne propagules of *Gibberella zeae*, *Fusarium graminearum*, *Fusarium* head blight severity, and deoxynivalenol accumulation in winter wheat. **Canadian Journal of Plant Pathology**, Vancouver, v. 27, n. 2, p. 217-224, 2005.

SCHMIDT, D.A.M.; CARVALHO, F.I.F.; OLIVEIRA, A.C.; SILVA, J.A.G.; BERTAN, I.; VALÉRIO, I.P.; HARTWIG, I.; SILVEIRA, G.; GUTKOSKI, L.C. Variabilidade genética em trigos brasileiros a partir de caracteres componentes da qualidade industrial e produção de grãos. **Bragantia**, Campinas, v. 68, n. 1, p. 43-52, 2009.

SCHROEDER, L.F. Farinhas mistas. **Trigo e Soja**, Porto Alegre, n. 92, p. 4-6, 1987.

SCOTT, P.M. Trichothecenes in grains. **Cereal Foods World**, Saint Paul, v. 35, n. 7, p. 661-666, 1990.

SCOTT, P.M.; LAU, P.Y.; KANHERE, S.R. Gas chromatography with electron capture and mass spectrometric detection of deoxynivalenol in wheat and other grains. **Journal Association of Official Analytical Chemists**, Arlington, v. 64, n. 6, p. 1364-1371, 1981.

SCOTT, P.M.; KANHERE, S.R.; DEXTER, J.E.; BRENNAN, P.W.; TRENHOLM, H.L. Distribution of the trichothecene mycotoxin deoxynivalenol (vomitoxin) during the milling of naturally contaminated hard red spring wheat and its fate in baked products. **Food Additives and Contaminants**, London, v. 1, n. 4, p. 313-323, 1984.

SCOTT, P.M.; KANHERE, S.R.; LAU, P.Y.; DEXTER, J.E.; GREENHALGH, R. Effects of experimental flour milling and bread baking on retention of deoxynivalenol (vomitoxin) in hard red spring wheat. **Cereal Chemistry**, Saint Paul, v. 60, n. 6, p. 421-424, 1983.

SCUDAMORE, K.A. Fate of *Fusarium* mycotoxins in the cereal industry: recent UK studies. **World Mycotoxin Journal**, Bilthoven, v. 1, n. 3, p. 315-323, 2008.

SCUDAMORE, K.A.; PATEL, S. The fate of deoxynivalenol and fumonisins in wheat and maize during commercial breakfast cereal production. **World Mycotoxin Journal**, Bilthoven, v. 1, n. 4, p. 437-448, 2008.

SCUDAMORE, K.A.; GUY, R.C.E.; KELLEHER, B.; MacDONALD, S.J. Fate of the *Fusarium* mycotoxins, deoxynivalenol, nivalenol and zearalenone, during extrusion of wholemeal wheat grain. **Food Additives and Contaminants: Part A - Chemistry, Analysis, Control, Exposure and Risk Assessment**, Abingdon, v. 25, n. 3, p. 331-337, 2008.

SEITZ, L.M.; BECHTEL, D.B. Chemical, physical, and microscopical studies of scab-infected hard red winter wheat. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 33, n. 3, p. 373-377, 1985.

SEITZ, L.M.; YAMAZAKI, W.T.; CLEMENTS, R.L.; MOHR, H.E.; ANDREWS, L. Distribution of deoxynivalenol in soft wheat mill streams. **Cereal Chemistry**, Saint Paul, v. 62, n. 6, p. 467-469, 1985.

SEITZ, L.M.; EUSTACE, W.D.; MOHR, H.E.; SHOGREN, M.D.; YAMAZAKI, W.T. Cleaning, milling and baking tests with hard red winter wheat containing deoxynivalenol. **Cereal Chemistry**, Saint Paul, v. 63, n. 2, p. 146-150, 1986.

SHELLENBERGER, J.A. Advances In milling technology. In: POMERANZ, Y. (Ed.), **Advances in cereal science and technology**. Saint Paul: American Association of Cereal Chemists, 1980. chap. 6, p. 227-270.

SIMSEK, S.; BURGESS, K.; WHITNEY, K.L.; GU, Y.; QIAN, S.Y. Analysis of deoxynivalenol and deoxynivalenol-3-glucoside in wheat. **Food Control**, Guildford, v. 26, n. 2, p. 287-292, 2012.

SLIKOVA, S.; GAVURNIKOVA, S.; SUDYOVA, V.; GREGOVA, E. Occurrence of deoxynivalenol in wheat in Slovakia during 2010 and 2011. **Toxins**, Basel, v. 5, n. 8, p. 1353-1361, 2013.

SMANHOTTO, A.; NOBREGA, L.H.P.; OPAZO, M.A.U.; PRIOR, M. Características físicas e fisiológicas na qualidade industrial de cultivares e linhagens de trigo e triticales. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, v. 10, n. 4, p. 867-872, 2006.

SOBROVA, P.; ADAM, V.; VASATKOVA, A.; BEKLOVA, M.; ZEMAN, L.; KIZEK, R. Deoxynivalenol and its toxicity. **Interdisciplinary Toxicology**, Bratislava, v. 3, n. 3, p. 94-99, 2010.

STATISTICAL ANALYSIS SYSTEM. **SAS/STAT® 9.3 user's guide**. Cary, 2011. 8640 p.

SUTTON, J.C. Epidemiology of wheat head blight and maize ear rot caused by *Fusarium graminearum*. **Canadian Journal of Plant Pathology**, Vancouver, v. 4, n. 2, p. 195-209, 1982.

TANAKA, T.; HASEGAWA, A.; YAMAMOTO, S.; MATSUKI, Y.; UENO, Y. Residues of *Fusarium* mycotoxins, nivalenol, deoxynivalenol and zearalenone, in wheat and processed food after milling and baking. **Journal of the Food Hygienic Society of Japan**, Tokyo, v. 27, n. 6, p. 653-655, 1986.

THAMMAWONG, M.; OKADOME, H.; SHIINA, T.; NAKAGAWA, H.; NAGASHIMA, H.; NAKAJIMA, T.; KUSHIRO, M. Distinct distribution of deoxynivalenol, nivalenol, and ergosterol in *Fusarium*-infected Japanese soft red winter wheat milling fractions. **Mycopathologia**, Den Haag, v. 172, n. 4, p. 323-330, 2011.

THAMMAWONG, M.; OKABE, M.; KAWASAKI, T.; NAKAGAWA, H.; NAGASHIMA, H.; OKADOME, H.; NAKAJIMA, T.; KUSHIRO, M. Distribution of deoxynivalenol and nivalenol in milling fractions from *Fusarium*-infected Japanese wheat cultivars. **Journal of Food Protection**, Des Moines, v. 73, n. 10, p. 1817-1823, 2010.

TRIGO-STOCKLI, D.M. Effect of processing on deoxynivalenol and other trichothecenes. In: DEVRIES, J.W.; TRUCKSESS, M.W.; JACKSON, L.S. (Ed.). **Mycotoxins and food safety**. New York: Kluwer Academic; Plenum Publishers, 2002. chap. 18, p. 181-188. (Advances in Experimental Medicine and Biology, 504).

TRIGO-STOCKLI, D.M.; CURRAN, S.P.; PEDERSEN, J.R. Distribution and occurrence of mycotoxins in 1993 Kansas wheat. **Cereal Chemistry**, Saint Paul, v. 72, n. 5, p. 470-474, 1995.

TRIGO-STOCKLI, D.M.; DEYOE, C.W.; SATUMBAGA, R.F.; PEDERSEN, J.R. Distribution of deoxynivalenol and zearalenone in milled fractions of wheat. **Cereal Chemistry**, Saint Paul, v. 73, n. 3, p. 388-391, 1996.

TRUCKSESS, M.W. Natural toxins. In: HORWITZ, W.; LATIMER, G.W. (Ed.) **Official methods of analysis of AOAC International**. 18th ed. Gaithersburg: AOAC International, 2006. chap. 49, p. 99.

UENO, Y. **Trichothecenes**: chemical, biological and toxicological aspects. Amsterdam: Elsevier Science, 1983. 313 p. (Developments in Food Science, 4).

VIEIRA, A.P.; BADIALE-FURLONG, E.; OLIVEIRA, M.L.M. Ocorrência de micotoxinas e características físico-químicas em farinhas comerciais. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 19, n. 2, p. 221-225, 1999.

WANG, Y.J.; CHUNG, D.S.; SPILLMAN, C.K.; ECKHOFF, S.R.; RHEE, C.; CONVERSE, H.H. Evaluation of laboratory grain cleaning and separating equipment. Part I. **Transactions of the ASAE**, Saint Joseph, v. 37, n. 2, p. 507-513, 1994.

WHITAKER, T.B. Sampling for mycotoxins. In: MAGAN, N.; OLSEN, M. (Ed.), **Mycotoxins in food**: detection and control. Cambridge: Woodhead Publ., 2004. chap. 4, p. 69-81.

WHITAKER, T.B.; DICKENS, J.W.; MONROE, R.J. Variability of aflatoxin test results. **Journal of the American Oil Chemists Society**, Urbana, v. 51, n. 5, p. 214-218, 1974.

WHITAKER, T.B.; HAGLER JUNIOR, W.M.; GIESBRECHT, F.G.; JOHANSSON, A.S. Sampling, sample preparation, and analytical variability associated with testing wheat for deoxynivalenol. **Journal of AOAC International**, Arlington, v. 83, n. 5, p. 1285-1292, 2000.

WRIGLEY, C.W. Wheat: a unique grain for the world. In: KHAN, K.; SHEWRY, P.R., **Wheat: chemistry and technology**. 4th ed. Saint Paul: American Association of Cereal Chemists, 2009. chap. 1, p. 1-17.

YOUNG, J.C.; FULCHER, R.G.; HAYHOE, J.H.; SCOTT, P.M.; DEXTER, J.E. Effect of milling and baking on deoxynivalenol (vomitoxin) content of eastern Canadian wheats. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, v. 32, n. 3, p. 659-664, 1984.

ZHANG, H.; WANG, B. Fate of deoxynivalenol and deoxynivalenol-3-glucoside during wheat milling and Chinese steamed bread processing. **Food Control**, Guildford, v. 44, p. 86-91, 2014.

ZHENG, Y.; HOSSEN, S.M.; SAGO, Y.; YOSHIDA, M.; NAKAGAWA, H.; NAGASHIMA, H.; OKADOME, H.; NAKAJIMA, T.; KUSHIRO, M. Effect of milling on the content of deoxynivalenol, nivalenol, and zearalenone in Japanese wheat. **Food Control**, Guildford, v. 40, p. 193-197, 2014.

APÊNDICES

Apêndice A – Parâmetros de qualidade em grãos de trigo e farinha de trigo

AMOSTRA	Peso do hectolitro (kg.hℓ⁻¹)	Umidade Grão (%)	Cinza Grão (%)⁽³⁾	Umidade farinha (%)	Cinza farinha (%)⁽³⁾	Rendimento de farinha (%)
1	81,50	11,00	1,66	13,80	0,46	69,42
2	79,00	12,60	1,54	15,80	0,51	70,15
3	79,45	11,50	1,69	14,50	0,48	68,47
4	81,05	10,20	1,62	13,90	0,48	62,32
5	78,15	12,70	1,55	16,20	0,47	71,59
6	80,15	11,70	1,67	14,50	0,48	69,69
7	79,90	12,90	1,69	13,60	0,48	69,72
8	80,35	11,80	1,77	14,50	0,46	62,39
9	79,45	11,20	1,72	15,00	0,51	69,86
10	79,45	11,20	1,72	15,00	0,51	68,41
11	77,70	11,50	1,77	13,80	0,45	71,47
12	79,90	11,60	1,61	14,50	0,48	61,38
13	69,15	12,50	1,89	14,10	0,59	59,96
14	79,90	11,60	1,61	14,50	0,48	66,76
15	80,15	11,90	1,77	13,80	0,50	69,28
16	80,90	11,40	1,84	15,00	0,50	58,82
17	77,90	11,90	1,89	14,60	0,54	59,41
18	78,15	12,20	1,68	13,70	0,49	74,84
19	78,80	12,10	1,71	14,50	0,58	71,46
20	78,80	12,10	1,71	14,50	0,58	71,07
21	79,00	11,60	1,95	14,90	0,60	58,89
22	77,00	12,10	1,88	13,50	0,49	66,05
23	81,25	12,90	1,68	15,00	0,54	70,32
24	74,20	13,40	1,87	14,30	0,57	64,86
25	77,90	11,20	1,96	15,10	0,53	56,98
26	79,45	10,00	1,70	15,20	0,52	64,07
27	80,15	10,70	1,85	14,80	0,59	55,27
28	78,15	11,70	1,50	15,50	-	56,92
29	78,15	11,60	1,88	14,30	0,56	73,68
30	78,15	10,80	1,87	15,20	0,49	57,78
Média	78,77	11,72	1,74	14,59	0,51	65,71
Mediana	79,23	11,65	1,72	14,50	0,50	67,59
Mínimo	69,15	10,00	1,50	13,50	0,45	55,27
Máximo	81,50	13,40	1,96	16,20	0,60	74,84
DP⁽¹⁾	2,34	0,78	0,12	0,66	0,04	5,71
CV⁽²⁾	2,97	6,61	7,11	4,50	8,65	8,69

⁽¹⁾ Desvio padrão⁽²⁾ Coeficiente de variação⁽³⁾ Percentuais expressos em base seca

Apêndice B – Percentual de frações obtidas durante a moagem experimental de grãos de trigo

AMOSTRA	Percentual de frações da moagem (%)				
	Farelo	Farelinho	Farinha de quebra	Farinha de redução	Farinha total
1	27,0	3,6	37,7	31,7	69,4
2	26,0	3,9	38,5	31,6	70,1
3	27,6	4,0	34,1	34,4	68,5
4	29,0	8,7	26,4	35,9	62,3
5	25,9	2,5	42,9	28,7	71,6
6	24,9	5,4	33,7	36,0	69,7
7	25,3	5,0	34,7	35,0	69,7
8	27,4	10,3	25,1	37,3	62,4
9	24,9	5,3	28,2	41,6	69,9
10	26,9	4,7	22,9	45,5	68,4
11	25,9	2,6	38,9	32,6	71,5
12	29,9	8,7	26,3	35,0	61,4
13	33,1	7,0	19,7	40,2	60,0
14	28,3	4,9	33,8	32,9	66,8
15	28,0	2,7	34,9	34,3	69,3
16	32,6	8,6	24,8	34,0	58,8
17	32,2	8,4	15,2	44,2	59,4
18	22,6	2,6	35,2	39,7	74,8
19	24,5	4,0	23,2	48,2	71,5
20	24,9	4,0	24,2	46,9	71,1
21	33,1	8,0	25,6	33,3	58,9
22	28,4	5,6	21,0	45,1	66,0
23	24,8	4,9	21,4	48,9	70,3
24	28,6	6,5	27,2	37,7	64,9
25	34,6	8,4	14,6	42,4	57,0
26	28,1	7,8	24,5	39,6	64,1
27	40,8	3,9	13,8	41,5	55,3
28	33,2	9,9	31,4	25,5	56,9
29	22,2	4,1	40,7	33,0	73,7
30	34,0	8,2	15,2	42,6	57,8
Média	28,5	5,8	27,9	37,8	65,7
Mediana	27,8	5,1	26,4	36,6	67,6
Mínimo	22,2	2,5	13,8	25,5	55,3
Máximo	40,8	10,3	42,9	48,9	74,8
DP⁽¹⁾	4,1	2,4	8,2	5,9	5,7
CV⁽²⁾	14,5	40,6	29,4	15,6	8,7

⁽¹⁾ Desvio padrão

⁽²⁾ Coeficiente de variação

Apêndice C – Concentração de DON nas frações obtidas da moagem experimental de grãos de trigo

AMOSTRA	Concentração de DON ($\mu\text{g.kg}^{-1}$)					
	Farelo	Farelinho	Farinha de quebra	Farinha de redução	Farinha total	Grãos limpos
1	408	666	239	265	251	308
2	535	483	240	235	238	325
3	610	433	255	213	234	345
4	594	224	270	233	249	346
5	480	673	369	306	344	387
6	859	571	272	234	252	421
7	975	602	306	222	264	461
8	775	531	356	309	328	471
9	857	951	550	390	455	581
10	959	979	453	383	407	582
11	1.154	863	458	495	475	661
12	1.415	946	736	529	618	885
13	1.307	1.348	690	594	626	902
14	1.526	1.113	826	597	713	963
15	2.649	900	729	396	564	1.157
16	1.905	1.254	854	646	734	1.160
17	1.826	1.397	1.062	778	851	1.211
18	2.679	2.583	819	636	722	1.212
19	2.539	2.057	948	644	743	1.236
20	2.622	1.631	963	626	741	1.246
21	1.915	1.501	961	831	888	1.277
22	2.078	1.770	1.131	900	973	1.331
23	2.847	2.084	949	702	777	1.354
24	2.508	2.077	876	700	774	1.355
25	2.124	1.413	1.151	1.056	1.081	1.470
26	3.063	2.084	1.137	974	1.036	1.688
27	2.413	2.501	1.424	1.293	1.326	1.815
28	3.360	2.099	1.262	1.023	1.155	1.981
29	5.010	4.408	1.556	1.351	1.464	2.373
30	5.296	2.849	2.762	2.283	2.409	3.426
Média	1.910	1.433	820	661	723	1.098
Mediana	1.866	1.301	823	611	717	1.159
Mínimo	408	224	239	213	234	308
Máximo	5.296	4.408	2.762	2.283	2.409	3.426
DP⁽¹⁾	1.236	906	524	440	463	696
CV⁽²⁾	65	63	64	67	64	63

⁽¹⁾ Desvio padrão

⁽²⁾ Coeficiente de variação

Apêndice D – Concentração relativa de DON nas frações obtidas da moagem experimental de grãos de trigo

AMOSTRA	Concentração Relativa de DON				
	Farelo	Farelinho	Farinha de quebra	Farinha de redução	Farinha total
1	1,32	2,16	0,78	0,86	0,81
2	1,65	1,49	0,74	0,72	0,73
3	1,77	1,25	0,74	0,62	0,68
4	1,71	0,65	0,78	0,67	0,72
5	1,24	1,74	0,95	0,79	0,89
6	2,04	1,36	0,65	0,56	0,60
7	2,12	1,31	0,67	0,48	0,57
8	1,65	1,13	0,76	0,66	0,70
9	1,48	1,64	0,95	0,67	0,78
10	1,65	1,68	0,78	0,66	0,70
11	1,74	1,30	0,69	0,75	0,72
12	1,60	1,07	0,83	0,60	0,70
13	1,45	1,50	0,77	0,66	0,69
14	1,58	1,16	0,86	0,62	0,74
15	2,29	0,78	0,63	0,34	0,49
16	1,64	1,08	0,74	0,56	0,63
17	1,51	1,15	0,88	0,64	0,70
18	2,21	2,13	0,68	0,52	0,60
19	2,05	1,66	0,77	0,52	0,60
20	2,11	1,31	0,77	0,50	0,59
21	1,50	1,18	0,75	0,65	0,70
22	1,56	1,33	0,85	0,68	0,73
23	2,10	1,54	0,70	0,52	0,57
24	1,85	1,53	0,65	0,52	0,57
25	1,45	0,96	0,78	0,72	0,74
26	1,81	1,23	0,67	0,58	0,61
27	1,33	1,38	0,78	0,71	0,73
28	1,70	1,06	0,64	0,52	0,58
29	2,11	1,86	0,66	0,57	0,62
30	1,55	0,83	0,81	0,67	0,70
Média	1,73	1,35	0,76	0,62	0,67
Mediana	1,65	1,31	0,76	0,63	0,70
Mínimo	1,24	0,65	0,63	0,34	0,49
Máximo	2,29	2,16	0,95	0,86	0,89
DP⁽¹⁾	0,29	0,36	0,09	0,11	0,08
CV⁽²⁾	16,56	26,64	11,38	17,08	12,61

⁽¹⁾ Desvio padrão

⁽²⁾ Coeficiente de variação

Apêndice E – Percentual de resíduo de limpeza, concentração de DON nos grãos em seu estado original, grãos limpos e resíduo de limpeza, e percentual de redução de DON

AMOSTRA	Resíduo de limpeza (%)	Concentração de DON ($\mu\text{g.kg}^{-1}$)			Redução DON (%)
		Grãos no estado original	Resíduo de limpeza	Grãos limpos	
1	12,8	325	646	308	12,3
2	15,8	395	769	325	17,7
3	14,6	460	1.134	345	25,0
4	17,6	553	1.516	346	37,3
5	10,3	438	882	387	11,6
6	14,8	546	1.264	421	22,9
7	11,5	525	1.019	461	12,2
8	13,9	546	1.014	471	13,8
9	22,2	615	733	581	5,5
10	22,3	622	761	582	6,4
11	15,6	748	1.220	661	11,6
12	18,9	1.353	3.364	885	34,6
13	-	-	2.098	902	-
14	18,6	1.401	3.317	963	31,3
15	18,7	1.731	4.230	1.157	33,2
16	-	-	6.621	1.160	-
17	-	-	6.220	1.211	-
18	20,8	1.725	3.679	1.212	29,7
19	22,6	1.706	3.311	1.236	27,5
20	23,1	1.646	2.977	1.246	24,3
21	-	-	5.979	1.277	-
22	-	-	4.151	1.331	-
23	9,0	2.171	10.456	1.354	37,6
24	10,4	1.573	3.458	1.355	13,9
25	-	-	6.881	1.470	-
26	-	-	4.593	1.688	-
27	7,6	2.293	8.139	1.815	20,8
28	16,4	2.925	7.721	1.981	32,3
29	20,4	3.808	9.408	2.373	37,7
30	6,9	4.146	13.838	3.426	17,4
Média	15,9	1.403	4.047	1.098	22,5
Mediana	15,8	1.353	3.341	1.159	22,9
Mínimo	6,9	352	646	308	5,5
Máximo	23,1	4.146	13.838	3.426	37,7
DP⁽¹⁾	5,0	1.086	3.371	696	10,4
CV⁽²⁾	31,4	77	83	63	46,4

⁽¹⁾ Desvio padrão

⁽²⁾ Coeficiente de variação

ANEXOS

Anexo A – Tipos do trigo do Grupo I destinado diretamente à alimentação humana: limites máximos de tolerância expresso em %/peso

Tipos	Matérias Estranhas e Impurezas	Danificados por Insetos	Danificados pelo Calor, Mofados e Ardidos	Chochos, Triguilhos e Quebrados
1	0,30	0,30	0,10	0,75
2	0,50	0,70	0,20	1,50
3	0,70	1,00	0,50	2,50
Fora de Tipo	1,50	2,00	1,00	5,00

Fonte: Brasil (2010)

Anexo B – Classes do trigo do Grupo II destinado à moagem e a outras finalidades

Classes	Força do Glúten (Valor mínimo expresso em 10⁻⁴ J)	Estabilidade (Tempo expresso em minutos)	Número de Queda (Valor mínimo expresso em segundos)
Melhorador	300	14	250
Pão	220	10	220
Doméstico	160	6	220
Básico	100	3	200
Outros usos	Qualquer	Qualquer	Qualquer

Fonte: Brasil (2010)

Anexo C – Tipos do trigo do Grupo II destinado à moagem e a outras finalidades

Tipos	Peso do Hectolitro (Valor mínimo)	Número de Queda (Valor mínimo expresso em segundos)	Matérias Estranhas e Impurezas (% máximo)	Defeitos (% máximo)			Total de Defeitos (% máximo)
				Danificados por Insetos	Danificados pelo Calor, Mofados e Ardidos	Chochos, Triguilhos e Quebrados	
1	78	250	1,00	0,50	0,50	1,50	2,00
2	75	220	1,50	1,00	1,00	2,50	3,50
3	72	150	2,00	2,00	2,00	5,00	7,00
Fora de Tipo	Menor que 72	Menor que 150	Maior que 2,00	Maior que 2,00	10,00	Maior que 5,00	Maior que 7,00

Fonte: Brasil (2010)

Anexo D – Limites de tolerância para a farinha de trigo

Tipos	Teor de Cinzas* (máximo)	Granulometria	Teor de Proteína* (mínimo)	Acidez Graxa (mg de KOH/100g do produto) (máximo)	Umidade (máximo)
Tipo 1	0,8%	95% do produto deve passar pela peneira com abertura de malha de 250 µm	7,5%	50	15,0%
Tipo 2	1,4%		8,0%		
Integral	2,5%	-	8,0%	100	

* Os teores de cinzas e de proteína deverão ser expressos em base seca

Fonte: Brasil (2005)