

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
MESTRADO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS
SETOR DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS E DE TECNOLOGIA

STÉPHANIE SCHIAVO ROMKO

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E ESTRUTURAIS DE AMIDO DE
SEMENTE DE NÊSPERA (*ERIOBOTRYA JAPONICA* LINDL.) MODIFICADO
FISICAMENTE

PONTA GROSSA
2024

STÉPHANIE SCHIAVO ROMKO

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E ESTRUTURAIS DE AMIDO DE
SEMENTE NÊSPERA (*ERIOBOTRYA JAPONICA* LINDL.) MODIFICADO
FISICAMENTE

Dissertação apresentada como requisito para a
obtenção do título de mestre em Ciência e Tecnologia
de Alimentos, da Universidade Estadual de Ponta
Grossa (UEPG).

Orientador: Prof Dr. Egon Schnitzler.

PONTA GROSSA
2024

Romko, Stéphanie Schiavo

R765 Avaliação das propriedades térmicas e estruturais de amido de semente de nêspera (*Eriobotrya japonica* Lindl.) modificado fisicamente / Stéphanie Schiavo Romko. Ponta Grossa, 2024.

65 f.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos - Área de Concentração: Ciências e Tecnologia de Alimentos), Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. Egon Schnitzler.

1. Cavitação. 2. Análise térmica. 3. Nêspera. 4. Ultrassom. I. Schnitzler, Egon. II. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Ciências e Tecnologia de Alimentos. III.T.

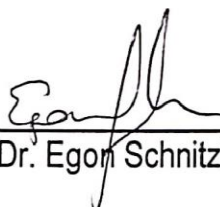
CDD: 664

STÉPHANIE SCHIAVO ROMKO

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E ESTRUTURAIS DE AMIDO DE
SEMENTE DE NÊSPERA (ERIOBOTRYAJAPONICA LINDL.) MODIFICADO
FISICAMENTE

Dissertação aprovada como requisito para
obtenção do grau de Mestre(a) no Curso
de Pós-Graduação em Ciência e
Tecnologia de Alimentos, da Universidade
Estadual de Ponta Grossa, pela seguinte
banca examinadora:

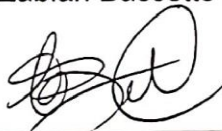
Ponta Grossa, 29 de fevereiro de 2024.



Prof. Dr. Egon Schnitzler (UEPG-PR - Presidente)



Profa. Dra. Radla Zabian Bassetto Bisinella (UEPG-PR - Membro Titular Interno)



Profa. Dra. Camila Delinski (UNICESUMAR-PR - Membro Titular Externo)

AGRADECIMENTOS

Não poderia chegar aonde estou hoje sem antes agradecer a todos aqueles que estiveram comigo em todos os momentos.

À minha família, não tenho palavras por tamanha gratidão por ter vocês ao meu lado. À minha mãe, por todas as vezes que me ouviu, aconselhou e me deu colo, sem esse suporte, nada teria sido possível, é um privilégio ser sua filha. À minha irmã, obrigada por tudo que fez e faz por mim, “irmão é nome sagrado, é ligação para a vida, é dádiva de Deus”. A meu pai, meu porto seguro, não há palavras nesse mundo que possam expressar a minha gratidão a você. Amo vocês.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Egon Schnitzler, por todo o conhecimento compartilhado, ensinamentos, por acreditar que eu seria capaz desde a graduação, obrigada pela oportunidade e por tudo.

Aos membros da banca examinadora, Prof. Dra. Radla Bassetto Zabian Bisinella, Prof. Dra. Camila Delinski Bet e Prof. Dr. Luiz Gustavo Lacerda, que tão gentilmente aceitaram participar e colaborar com esta dissertação.

RESUMO

O amido de semente de nêspira (*Eriobotrya japonica* Lindl.) foi isolado, caracterizado e submetido a modificações físicas pela técnica de ultrassom (amplitudes de 40, 50, 60 % e 70%). Após análise centesimal, o amido nativo apresentou: teor de umidade (5,48%), teor de lipídios (0,19 %), teor de proteínas (3,56%), teor de fibra alimentar (4,51%), teor de fibras (1,37%) e carboidratos por diferença (84,77%). Três eventos principais de perdas de massas foram detectados pela termogravimetria (TG/DTG) para todas as amostras. A menor temperatura de início da degradação foi observada no amido nativo, registrando 156,40°C, já a maior temperatura foi 235,18°C para a amostra US40%. Alterações nos parâmetros L*, a* e b* foram observadas entre as amostras nativas e modificadas por ultrassom. Foi observada uma diminuição na temperatura inicial e de pico durante o processo de gelatinização para amostras sonicadas. O amido de nêspira nativo apresentou uma redução na temperatura de pasta à medida que a amplitude de vibração para modificação por US aumentou. A viscosidade pico apresentou um aumento mais pronunciado até o tratamento de 50%, sendo gradativamente reduzido quando alcançou a amplitude de 70%. Os amidos isolados foram observados usando luz polarizada e microscopia eletrônica de varredura que apresentou uma mistura de grânulos irregulares, truncados e esféricos. A estrutura molecular do amido permaneceu inalterada independentemente do método de tratamento aplicado, como confirmado pelos grupos funcionais inalterados nos espectros de FT-IR. Porém, a intensidade dos picos característicos foi afetada pelos diferentes tratamentos. O amido é uma excelente fonte de material biodegradável, proveniente de fonte vegetal, que é ecologicamente correto e econômico, portanto, é potencialmente utilizado como alternativa ao plástico em embalagens de alimentos. Nesta perspectiva, vários esforços têm sido feitos para preparar filmes antioxidantes biodegradáveis utilizando amido de sementes de nêspira.

Palavras-chave: Cavitação. Análise térmica. Nêspira. Ultrassom.

ABSTRACT

The loquat seed starch (*Eriobotrya japonica* Lindl.) was isolated, characterized, and subjected to physical modifications by ultrasound technique (at amplitudes of 40%, 50%, 60%, and 70%). After proximate analysis, the native starch presented a moisture content (5.48%), lipid content (0.19%), protein content (3.56%), dietary fiber content (4.51%), exhibited a fiber content (1.37%), and carbohydrates by difference (84.77%). Three main mass loss events were detected by thermogravimetry (TG/DTG) for all samples. The lowest onset temperature of degradation was observed in native starch, recording 156.40°C, while the highest temperature was 235.18°C for the US40% sample. Changes in the L*, a*, and b* parameters were observed between native and sonicated samples. A decrease in the initial and peak temperatures during the gelatinization process was observed for sonicated samples. Relative crystallinity was lower for starches modified by ultrasound. The native loquat starch showed a reduction in paste temperature as the vibration amplitude for US modification increased. Peak viscosity showed a more pronounced increase up to the 50% treatment, gradually decreasing when it reached the 70% amplitude. The isolated starches were observed using polarized light and scanning electron microscopy which revealed a mixture of irregular, truncated, and spherical granules. The molecular structure of the starch remained unchanged regardless of the treatment method applied, as confirmed by the unchanged functional groups in the FT-IR spectra. However, the intensity of characteristic peaks was affected by the different treatments.

Keywords: Cavitation. Thermal analysis. Loquat. Physical modification.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Nespereira (<i>Eriobotrya japônica</i>).....	14
Figura 2 - Interior da nêspereira	15
Figura 3 - Componentes da nêspereira.....	16
Figura 4 - Estrutura química da amilose.....	18
Figura 5 - Estrutura química da amilopectina	19
Figura 6 - Principais tratamentos físicos do amido	22
Figura 7 - Exemplo do perfil de estabilidade térmica de amido	25
Figura 8 - Demonstração de uma curva DSC.....	26
Figura 9 - Exemplificação de uma curva de RVA	27
Figura 10 - Fluxograma da extração do amido de semente de nêspereira	31
Figura 11 - Padrões de difração de raios X (DRX) para as amostras de amido de nêspereira nativo e modificados 40, 50, 60 e 70%.....	39
Figura 12 - Curvas TG para amido de nêspereira nativo e modificados 40, 50, 60 e 70%	41
Figura 13 - Curvas DSC do amido nativo e modificados por ultrassom	45
Figura 14 - Microimagens de amido de semente de nêspereira nativo e modificados 40, 50 60 e 70%	47
Figura 15 - Pastas de amido de nêspereira nativo e modificado por US.....	49
Figura 16 - Curvas RVA para amido de nêspereira nativo e modificado por US.....	50
Figura 17 - Espectros de transmitância para amido de nêspereira nativo e modificado por US	52

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição proximal do amido de nêpera nativo.....	36
Tabela 2 - Parâmetros de cor dos amidos	38
Tabela 3 - Cristalinidade e picos para o padrão de difração	40
Tabela 4 - Resultados do TG/DTG do amido nativo e modificado no ultrassom	43
Tabela 5 - Resultados do DSC do amido nativo e modificados.....	45
Tabela 6 - Dados referentes à viscosidade de amido de nêpera nativo e modificado	50

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

CIE	Comissão Internacional de Iluminação
DRX	Difratometria de raios X
DSC	Calorimetria exploratória diferencial
DTG	Derivada Térmica Gravimétrica
FEG	Microscopia eletrônica de alta resolução
FTIR	Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier
RVA	Analisador de Viscosidade Rápida
TG	Termogravimetria

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	11
2	OBJETIVOS	13
2.1	OBJETIVO GERAL.....	13
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	13
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	14
3.1	NESPERA	14
3.2	AMIDO.....	16
3.2.1	Amilose e amilopectina.....	17
3.3	PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DO AMIDO	20
3.4	AMIDOS NÃO CONVENCIONAIS	21
3.5	AMIDOS MODIFICADOS	21
3.5.1	Modificação física	21
3.5.2	Modificação por ultrassom.....	22
4	MÉTODOS DE ANÁLISE	24
4.2	DIFRATOMETRIA DE RAIOS X PELO MÉTODO DO PÓ	24
4.3	ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TG).....	24
4.4	CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)	26
4.5	MICROSCOPIA ELETRÔNICA (MEV-FEG)	27
4.6	VISCOAMILOGRAFIA.....	27
4.7	ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER	28
5	MATERIAIS E MÉTODOS	30
5.1	MATÉRIA-PRIMA	30
5.2	MÉTODOS DE OBTENÇÃO DO EXTRATO AMILÁCEO.....	30
5.3	CARACTERIZAÇÃO	32
5.3.1	Análises físico-químicas.....	32
5.3.2	Análise colorimétrica	32
5.3.3	Difratometria de raios pelo método do pó.....	32
5.3.4	Análise Termogravimétrica (TG/DTG).....	33
5.3.5	Calorimetria exploratória diferencial (DSC)	33
5.3.6	Microscopia eletrônica de Varredura (MEV/FEG)	34
5.3.7	Viscoamilografia	34

5.4	MODIFICAÇÃO FÍSICA.....	35
6	RESULTADOS E DISCUSSÃO	36
6.1	ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS	36
6.2	RENDIMENTO DE EXTRAÇÃO.....	36
6.3	ANÁLISE COLORIMÉTRICA	37
6.4	DIFRATOMETRIA DE RAIOS PELO MÉTODO DO PÓ	39
6.5	ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TG/DTG)	40
6.6	CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)	44
6.7	MICROSCOPIA ELETRÔNICA (MEV/FFEG)	47
6.8	VISCOAMILOGRAFIA (RVA)	49
6.9	ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR).....	51
7	CONCLUSÃO	54
	REFERÊNCIAS.....	55

1 INTRODUÇÃO

A *Eriobotrya japonica* Lindl., mais conhecida como nêspera é uma fruta pertencente à família Rosaceae, originária do Japão. É uma fruta arbórea, que apresenta coloração predominantemente amarela, casca aveludada, com polpa de sabor doce acidulado. A casca é rica em compostos bioativos e pode apresentar em seu interior até cinco sementes de tom marrom (Vieira *et al.*, 2020; Mishra *et al.*, 2021; Ébufa *et al.*, 2022). A nêspera contém sementes que representam aproximadamente 30% do seu peso fresco (Chen *et al.*, 2015; Cao; Son, 2019). No entanto, as sementes, na maioria das vezes, são descartadas e são onde encontramos a maior quantidade de amido presente na nêspera (Thory; Sandhu, 2017).

O amido é amplamente utilizado em indústrias alimentícias e não alimentícias, devido ao seu baixo custo e disponibilidade abundante. Amidos de diferentes fontes vegetais têm morfologias, estruturas e propriedades variadas, que determinam sua utilidade. No entanto, com o desenvolvimento das indústrias alimentícias e não alimentícias, há um interesse crescente em encontrar novas fontes de amido com propriedades novas e únicas (Guo *et al.*, 2018).

De acordo com a legislação brasileira, por meio da RDC nº 263 de setembro de 2005, amido é

[...] o produto amiláceo extraído de partes comestíveis de cereais, tubérculos, raízes ou rizomas podendo ser submetidos a processos de maceração, moagem, extração, tratamento térmico e ou outros processos tecnológicos considerados seguros para produção de alimentos (Anvisa, 2005).

Deste modo, o amido pode atuar como estabilizante, geleificante, espessante, retentor de umidade e agente de viscosidade e volume nos alimentos (Colman *et al.*, 2016).

A fim de ampliar e buscar melhorias nas características físicas, químicas e funcionais do amido nativo, para aplicações industriais, o polímero é submetido a diferentes tipos de modificações, que podem ser em meio físico, químico, enzimático ou combinado (modificação dupla) (Punia, 2020). A modificação física por meio da técnica de ultrassom vem ganhando grande destaque dentro da indústria alimentícia, por conta das suas vantagens, como: aumento de rendimento e pureza do produto, redução de tempo de processamento e ausência de produtos químicos (Schmiele;

Sampaio; Clerici, 2019). Modificar o amido possibilita a instauração de funcionalidades específicas, como textura, clareza, propriedades de cocção, retrogradação, redução da sinérese, gelificação e estabilidade térmica (Ashogbon, 2021; Bemiller, 2016).

Assim, o presente trabalho tem como objetivo avaliar os efeitos da aplicação de ultrassom no amido de *Eriobotrya japonica* através de técnicas termoanalíticas, morfológicas, estruturais e de pasta.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar os efeitos da aplicação de ultrassom no amido de *Eriobotrya japonica* através de técnicas termoanalíticas, morfológicas, estruturais e de pasta.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Realizar a extração de amido pelo método aquoso;
- Avaliar a composição proximal do amido;
- Modificar fisicamente o amido extraído pela técnica do ultrassom sob diferentes amplitudes;
- Obter dados termoanalíticos através de termogravimetria (TG/DTG) e calorimetria exploratória diferencial (DSC) das amostras;
- Obter imagens das amostras por microscopia eletrônica de emissão de campo (MEV/FEG);
- Realizar a análise de viscoamilografia para verificar as propriedades de pasta das amostras;
- Realizar a análise de espectroscopia de infravermelho com transformada de fourier (FTIR) para identificar os grupos funcionais ou ligações químicas a partir do registro de sua vibração em frequências específicas;
- Obter os parâmetros de cor através da análise de colorimetria;
- Adquirir dados estruturais dos grânulos através de difratometria de Raios X.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 NESPERA

A *Eriobotrya japonica* Lindl. mais conhecida como nêspera, é uma fruta pertencente à família Rosaceae originária no Japão. É uma fruta de hábito arbóreo, apresenta coloração amarela, casca aveludada podendo ser observada na Figura 1, com polpa de sabor doce-acidulado, rico em vitamina C e sua casca é rica em compostos bioativos, apresentando em seu interior até cinco sementes (Figura 2) de tom marrom (Vieira, 2020 e Ébufa *et al.*, 2022).

É produzida e comercializada principalmente no Japão, na Espanha, em Israel e no Brasil. No Brasil, é amplamente cultivada, em especial na região Sudeste, ela é encontrada tanto em pomares domésticos como em comerciais (Delfanian; Kenari; Sahari, 2015; Shabaani *et al.*, 2020; Huang *et al.*, 2021).

Figura 1 - Nespereira (*Eriobotrya japônica*).



Fonte: Portal G1 (2016).

Figura 2 - Interior da nêspera



Fonte: A autora (2022).

No Brasil, a nêspera é uma excelente opção de cultivo para a diversificação de propriedades rurais, principalmente no que tange à época de maturação de seus frutos, que se concentra entre os meses de julho e setembro, quando há escassez de outras frutas no mercado (Grassi *et al.*, 2010; Grassi *et al.*, 2011). O fruto tem uma vida pós-colheita curta em temperatura ambiente e é suscetível a danos físicos e mecânicos, perda de umidade e nutrientes e deterioração (Mishra *et al.*, 2021; Jain *et al.*, 2022).

O aumento de pesquisas e consumo de nêspersas está relacionado principalmente às suas características nutracêuticas e seu sabor doce-acidulado. São ricas em ácido galacturônico, vitamina C, flavonoides, carotenoides e compostos antioxidantes, localizados principalmente na casca e na polpa dos frutos (Koba *et al.*, 2007; Faria *et al.*, 2009; Ferreres *et al.*, 2009; Zhu *et al.*, 2023). Além disso, a elevada concentração de pectina favorece o processamento industrial na fabricação de doces

e geleias, atividade que ainda não é explorada comercialmente (Mishra *et al.*, 2021). Os componentes presentes no fruto da nêspera estão apresentados na Figura 3.

Figura 3 - Componentes da nêspera

COMPONENTES	CONTEÚDO (g/100 g)
Água	86,5 – 88,2 g
Valor energético	47 - 168 kcal
Carboidrato	9,6 - 43,3 g
Proteína	0,43 – 1,4 g
Gorduras totais	0,20 – 0,70 g
Cinzas	0,40 – 0,50 g
Cálcio	16 - 70 mg
Ferro	0,28 - 1,4 mg
Magnésio	13 mg
Fósforo	20 - 126 mg
Potássio	266 - 1216 mg
Sódio	1 mg
Vitamina C	1,0 – 3,0 mg
Vitamina A	1528 – 2340 UI*
Carotenoides totais	196 - 3020 µg
Caroteno	559 µg
Fenólicos totais	33,6 mg
Flavonoides totais	24,3 mg

Fonte: Pareek *et al.* (2014).

3.2 AMIDO

Amido é um polissacarídeo presente em alimentos de origem vegetal (raízes, tubérculos e cereais) como substância de reserva. Esse polímero natural possui características químicas e físicas singulares, que promovem alterações tecnológicas nos alimentos processados, como a variação da textura e a qualidade sensorial (Mendes; Bora; Ribeiro, 2012). O amido é constituído majoritariamente de duas macromoléculas: amilose e amilopectina; e a proporção delas varia de acordo com a origem botânica dos amidos.

Os diferentes perfis e propriedades do amido são conferidos devido a relação entre amilose e amilopectina, que define características como: comportamentos térmicos, reológicos, cristalinidade, polimorfismo e digestibilidade. A classificação

pode ocorrer de acordo com seu conteúdo de amilose em: “ceroso”, quando contém menos de 15 % de amilose, “regular”, quando apresenta de 20 a 30 % de amilose, e “alta amilose” quando apresenta mais de 40 % de amilose em sua composição (Tester; Karkalas; Qi, 2004; Wang; Zhang; Chen, 2016).

O amido possui regiões amorfas, semicristalinas e cristalinas em sua estrutura, onde a amilose e a amilopectina agregadas formam os grânulos de amido. As regiões cristalinas são formadas por cadeias ramificadas de amilopectina intercaladas com regiões amorfas, e as regiões semicristalinas são compostas por cadeias ramificadas e lineares. Sua morfologia se dá em grânulos, os quais apresentam tamanhos e formatos variados, de acordo com a origem botânica, espécie e estágio de desenvolvimento da planta em estudo (Bet *et al.*, 2016). A dimensão do grânulo de amido e formato varia de acordo com sua fonte botânica, sendo que o formato do grânulo pode ser regular ou irregular e seu diâmetro pode variar de 1 µm a 100 µm. Os grânulos de amido são geralmente insolúveis em água, solubilizando-se fracamente em água fria (Zavareze; Dias, 2011).

Deste modo, o amido pode atuar como estabilizante, geleificante, espessante, retentor de umidade e agente de viscosidade e volume nos alimentos (Colman *et al.*, 2016).

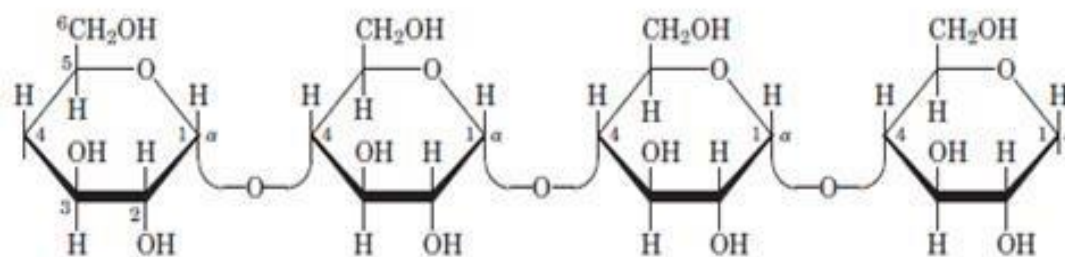
3.2.1 Amilose e amilopectina

As moléculas de amilose e amilopectina apresentam uma constituição de 98-99% do grânulo de amido em base seca. Diferenças podem ser observadas e causadas de acordo com a origem das espécies botânicas, que impactam tanto as funcionalidades como as características das pastas formadas a partir do amido. Segundo Tester, Karkala e Qi (2004) e Schirmer *et al.* (2013), alguns amidos são caracterizados pela média do teor de amilose.

As propriedades de pasta, textura e digestibilidade do polímero natural são influenciadas a partir do teor de amilose. A forma da estrutura desta molécula, seu peso molecular e como a cadeia de amilose encontra-se distribuída no amido nativo interferem no desempenho de produtos à base de amido (Van Hung; Chau; Phi, 2016; Bertoft *et al.*, 2016).

A amilose é caracterizada como uma molécula essencialmente linear, apresentando α -D-glucopiranoses, unidas por ligações glicosídicas do tipo α -1,4. Com essa estrutura são capazes de manter cerca de 350 a 1000 unidades de glicoses unidas, com massa molecular variável de 136.000 a $3,5 \times 10^6$ (Eliasson, 2004; Liu, 2005). Por essas características, a molécula de amilose constitui a parte amorfa e insolúvel dos grânulos, mesmo apresentando uma estrutura linear (Figura 4) sua proporção pode ser de 15-40 % em todo grânulo do amido de acordo com a fonte botânica (Van Hung; Chau; Phi, 2016; Bertoft *et al.*, 2016).

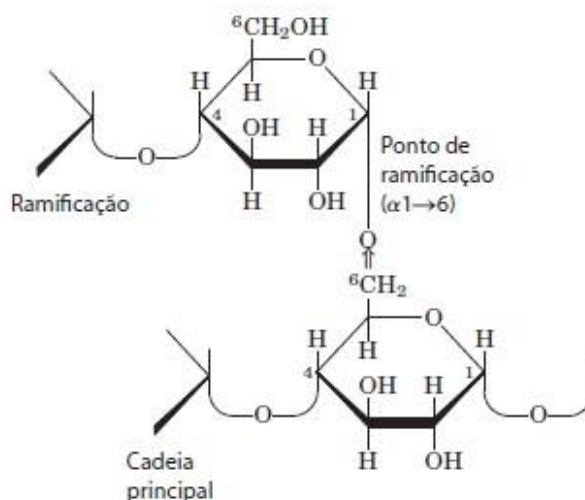
Figura 4 - Estrutura química da amilose



Fonte: Nelson e Cox (2014).

Diferentemente da amilose, a amilopectina (Figura 5) é a macromolécula mais abundante nos diferentes tipos de amido (75%). É um polímero com maior número de ramificações. Essa molécula consiste em cadeias lineares mais curtas de ligações glicosídicas do tipo α -1,4 e cadeias laterais de ligação α -1,6 (Lacerda *et al.*, 2014). O conteúdo de amilopectina presente no grânulo corresponde entre 70-80% da sua composição (Tharanathan, 2005). A amilopectina possui, em média, uma massa molecular de 1×10^8 g/mol, sendo maior que a molécula de amilose (Zou *et al.*, 2012).

Figura 5 - Estrutura química da amilopectina



Fonte: Nelson e Cox (2014).

As cadeias laterais pertencentes às moléculas de amilopectina são lineares e curtas, porém, as suas ramificações são dispostas em dupla hélice. Essa conformação amilopectina confere estruturas compactas, apesar do alto grau de ramificação, conferindo ao grânulo as suas regiões cristalinas. Essas regiões oferecem resistência a hidrólise ácida e enzimática aos grânulos (Perez *et al.*, 2010).

Dentro do grânulo de amido existe regiões cristalinas e amorfas em alternância, com a tendência das cadeias de amilopectina se orientarem de maneira radial. À medida que o raio do grânulo aumenta, ocorre o aumento do número de ramificações, estas têm função de preencher os espaços vazios, formando as regiões de alternância cristalina (Bertoft *et al.*, 2016).

De acordo com Bisinella *et al.* (2022), para o amido de arroz orgânico, a proporção entre amilose e amilopectina tem influência em diversas características do amido, como: propriedades funcionais (digestibilidade); temperatura de gelatinização, que é maior quanto maior o teor de amilose; e propriedades de pasta.

Além da proporção entre amilose e amilopectina, outros fatores importantes para as propriedades do amido são a relação entre cadeias curtas, médias e longas de amilopectina e quão ramificadas são essas cadeias. A temperatura de gelatinização e o conteúdo de amido resistente, por exemplo, são relacionados com a quantidade de amilopectina de cadeia média e longa, onde, quanto maior a

quantidade dessas frações, maior a temperatura de gelatinização e o conteúdo de amido resistente (Lin *et al.*, 2016).

3.3 PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DO AMIDO

A gelatinização do amido decorre a partir do momento que este, em contato com água em excesso, é submetido ao aquecimento. Os grânulos absorvem a água, hidratam as regiões amorfas e a estrutura cristalina é rompida expondo os grupos hidroxila (Copeland *et al.*, 2009). Isso ocorre devido à dissociação da amilose e a repartição do grânulo, promovendo a gelatinização (Peng; Zhongdong; Kennedy, 2007).

O processo de gelatinização está associado com a proporção de amilose e amilopectina presente nos grânulos de amido, tamanho e estrutura e o grau de cristalinidade presente. Uma das técnicas utilizadas atualmente para avaliar esse fenômeno é a calorimetria exploratória diferencial (DSC – Differential Scanning Calorimetry) (Rocha; Demiate; Franco, 2008).

O processo de retrogradação do amido é descrito como uma reorganização parcial ou uma recristalização das moléculas de amilose e amilopectina. Esse fenômeno ocorre em conjunto com a gelatinização após um longo período de armazenamento ou resfriamento (Patel; Seetharaman, 2010).

A retrogradação sofre influência direta do tempo, umidade e temperatura. Parte das moléculas de água são expelidas de uma rede de gel, gerando o processo de sinérese, o qual ocorre devido à formação de fortes ligações entre as moléculas de amilose que são rearranjadas, conferindo-as alta estabilidade, em parte também pelas ligações de hidrogênios reordenadas (Ai; Jane, 2015).

A sinérese nos alimentos nem sempre é desejável, pois, promove a expulsão da água do sistema, influenciando no envelhecimento de pães, produtos de panificação e na perda de água de produtos que utilizam o amido como agente espessante. A retrogradação pode ser afetada pelo pH, fonte botânica do amido e presença de outros componentes (lipídios, eletrólitos e açúcares) (Wang *et al.*, 2015).

3.4 AMIDOS NÃO CONVENCIONAIS

O amido é amplamente utilizado em indústrias alimentícias e não alimentícias, devido ao seu baixo custo e disponibilidade abundante. Amidos de diferentes fontes vegetais têm morfologias, estruturas e propriedades variadas, que determinam sua utilidade (Bisinella *et al.*, 2022).

Além disso, nos últimos anos, os amidos não convencionais atraíram mais atenção devido aos inúmeros benefícios tecnológicos em relação aos amidos comerciais. Por exemplo, as fontes mais ricas de amido não convencionais incluem, sementes de nêspera, sementes de jaca, sementes de lichia, sementes de manga, banana verde, pupunha, grãos de fruta-pão, fava, ervilha e sorgo branco (Tagliapietra *et al.*, 2021; Henning *et al.*, 2022). Curiosamente, estas fontes de amido não convencional são consideradas contribuintes substanciais para os resíduos alimentares e agrícolas. Os amidos não convencionais podem ter características funcionais e físico-químicas diferentes ou comparáveis às dos amidos comerciais (Zhu *et al.*, 2023).

3.5 AMIDOS MODIFICADOS

A fim de ampliar e buscar melhoria nas características físicas, químicas e funcionais do amido nativo, para aplicações industriais, o polímero é submetido à diferentes tipos de modificações, que podem ser em meio físico, químico, enzimático ou combinado (modificação dupla) (Punia, 2020). Modificando o amido possibilita a instauração de funcionalidades específicas, como textura, propriedades de cocção, retrogradação, redução da sinérese, gelificação e estabilidade térmica (Ashogbon, 2021; Bemiller, 2016).

3.5.1 Modificação física

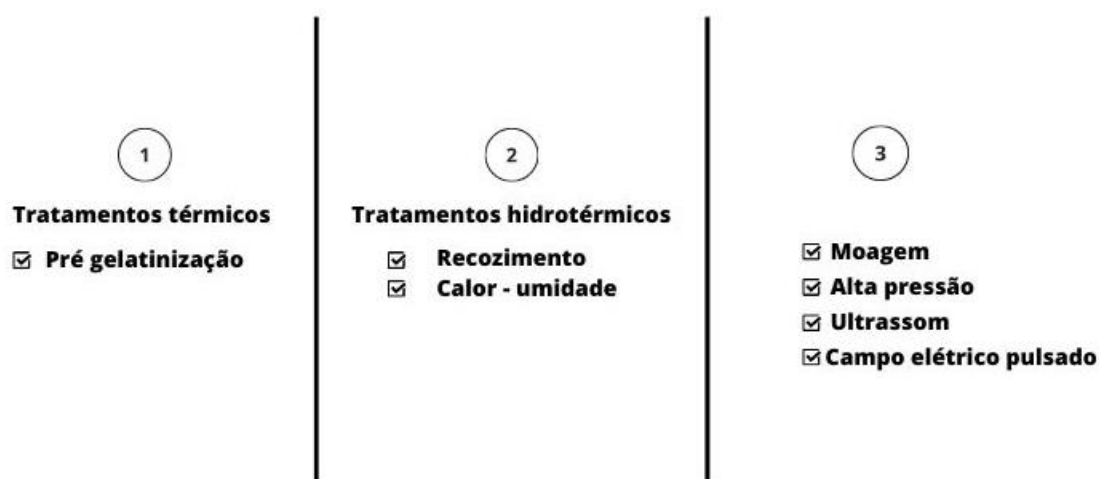
As modificações físicas alteram as propriedades do amido nativo obtendo assim um maior uso, podendo ser industrial e tecnológico (Bemiller, 2017; Schmiele; Sampaio; Clerici, 2019). Tais motivos justificam o crescente interesse em estudar diferentes formas de tratamentos físicos no amido, a fim de proporcionar melhora na conservação, processamento de produtos, textura e estabilidade como - absorção de

água, gelificação e capacidade de inchamento e colagem (Bemiller; Huber, 2015; Nawaz *et al.*, 2020).

Para que ocorra alteração da estrutura física do grânulo, os amidos nativos precisam ser submetidos à diferentes combinações de parâmetros, como temperatura/umidade, irradiação, pressão de cisalhamento e atrito mecânico. Os tratamentos para modificação do amido são classificados em térmicos, hidrotérmicos e não-térmicos (Figura 6) (Ashogbon; Akintayo, 2014; Punia, 2020).

As principais vantagens associadas às modificações físicas do amido é o baixo custo, pois difere dos métodos químicos ao não gerar resíduos de reagentes e ser favorável ao ambiente e a segurança (Punia, 2020; Almeida *et al.*, 2022). Tais características qualificam o produto final como limpo, permitindo classificá-lo como ingrediente ou produto natural ao invés de aditivo (Bemiller, 2017; Borba, 2021).

Figura 6 - Principais tratamentos físicos do amido



Fonte: A autora (2023).

3.5.2 Modificação por ultrassom

O ultrassom é o agrupamento de ondas sonoras mecânicas. As frequências encontram-se acima da faixa de audição humana, 16 kHz. É comumente utilizada pela indústria de alimentos em processos de separação, extração, filtração, modificação e homogeneização (Schmiele; Sampaio; Cleriri, 2019).

O efeito destas ondas para tratamento de material decorre da propagação delas, a amplitude alta o suficiente durante a aplicação do ultrassom resulta na cavitação, fenômeno que se define como o mecanismo de ação desta tecnologia. As

alterações na amostra depois de submetidas ao ultrassom são dependentes das variáveis presentes no equipamento e amostra, como: frequência, amplitude, tempo, concentração do meio, temperatura e fonte do amido (Bemiller; Huber, 2015).

A técnica de ultrassom vem ganhando grande destaque dentro da indústria alimentícia, devido às suas vantagens: aumento de rendimento e pureza do produto, redução de tempo de processamento e ausência de produtos químicos (Schmiele; Sampaio; Clerici, 2019).

4 MÉTODOS DE ANÁLISE

4.2 DIFRATOMETRIA DE RAIOS X PELO MÉTODO DO PÓ

Os raios X são radiações eletromagnéticas que quando passam por algum material podem refratar, refletir e polarizar. Os elétrons são bombardeados do cátodo, em um ânodo, dentro de um tubo de raios X (Skoog; Holler; Nieman, 2002; Ito, 2018).

O procedimento de difratometria de raios X pelo método do pó apresenta o padrão de difração do material, classificando-os em tipo A, tipo B ou tipo C, sendo possível observar o grau de cristalinidade através da relação entre a região amorfa com a região cristalina ou semicristalina (Genkina *et al.*, 2007; Tattiyakul; Naksirporn, 2012).

De acordo com os resultados, o material é classificado de acordo com padrões de difração, que podem ser do tipo A, tipo B ou tipo C (Genkina *et al.*, 2007). O padrão tipo A é caracterizado por possuir duplas hélices compactadas de amilose e amilopectina, arranjadas em um monociclo, possui picos em 15, 17, 18 e 23° em $2(\theta)$; o tipo B apresenta estrutura hidratada, aberta e com duplas hélices em formato hexagonal, apresentando picos em 5,6; 15; 17; 18 e 23° em $2(\theta)$; já o tipo C é considerado uma mistura do tipo A e tipo B, tendo picos em 5,5; 15; 17; 22 e 23° em $2(\theta)$. No geral, o padrão tipo A ocorre em amidos de cereais, do tipo B em tubérculos, raízes e cereais de alta amilose e tipo C em leguminosas (Santos; Saraiva; Gomes, 2015; Marcon *et al.*, 2009; Jing *et al.*, 2019).

O padrão de cristalinidade de uma fonte amilácea varia de acordo com diversas características, tais como sua origem botânica, quantidade de regiões cristalinas (relacionadas ao conteúdo de amilopectina e comprimento de cadeia), extensão e interação entre duplas hélices, entre outras (Miao *et al.*, 2014).

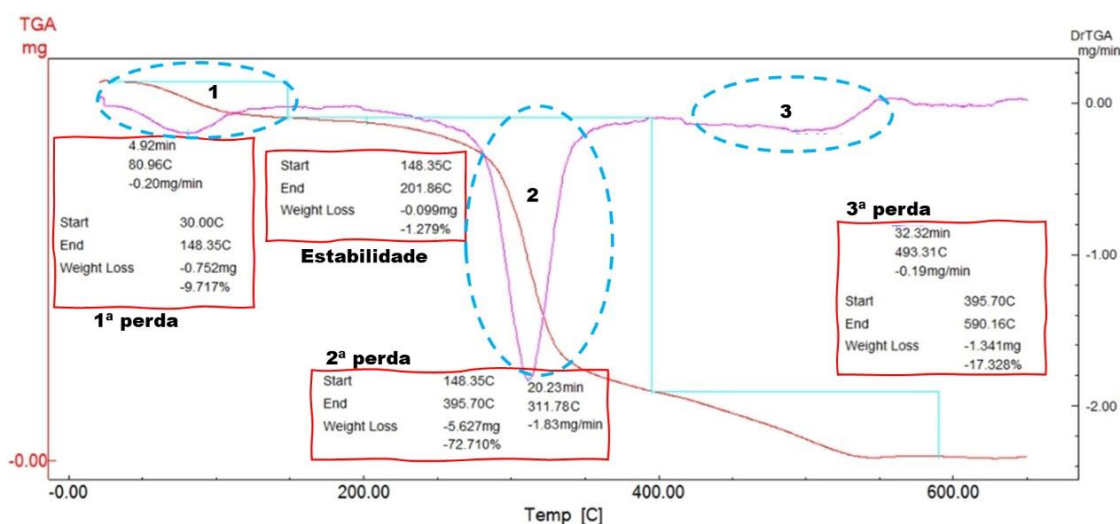
4.3 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TG)

Técnica analítica utilizada para estudar a decomposição de diferentes compostos, em empresas que fazem uso de aquecimento durante o processamento dos seus produtos. Ao decorrer da análise a massa da amostra é mensurada como uma função da temperatura do sistema, gerando uma curva termogravimétrica (curva TG). A partir dessa curva, podem-se obter informações relacionadas à estabilidade

térmica, umidade da amostra e compostos intermediários presentes na amostra (Osswald; Menges, 1996; Aggarwal; Dollimore, 1998; Zhu *et al.*, 2018).

A termogravimetria derivada (DTG) é um recurso utilizado juntamente com a TG, obtida por meio da primeira derivada em função do tempo, possibilitando melhor visualização das perdas de massas das amostras (Ionashiro; Caires; Gomes, 2012). Quando aplicada em amidos, a termogravimetria demonstra o perfil de estabilidade térmica por meio da curva (Figura 7), estabelecido durante o aquecimento da amostra em razão da variação de temperatura ou tempo. Deste modo, é possível determinar quais e quantas foram as perdas de massas e variações de temperaturas ocorridas durante o processo (Aggarwal; Dollimore, 1998).

Figura 7 - Exemplo do perfil de estabilidade térmica de amido



Fonte: A autora (2022).

Fatores intrínsecos da amostra, como massa aferida, calor de reação, condutividade térmica e os fatores extrínsecos do equipamento, como o tipo de gás e vazão do mesmo, taxa de aquecimento e atmosfera de forno (que poderá ou não reagir com a amostra) podem ocasionar uma variação de massa da amostra (ganho ou perda) interferindo no intervalo de perdas (Ionashiro; Cairo; Gomes, 2012; Mitić *et al.*, 2017).

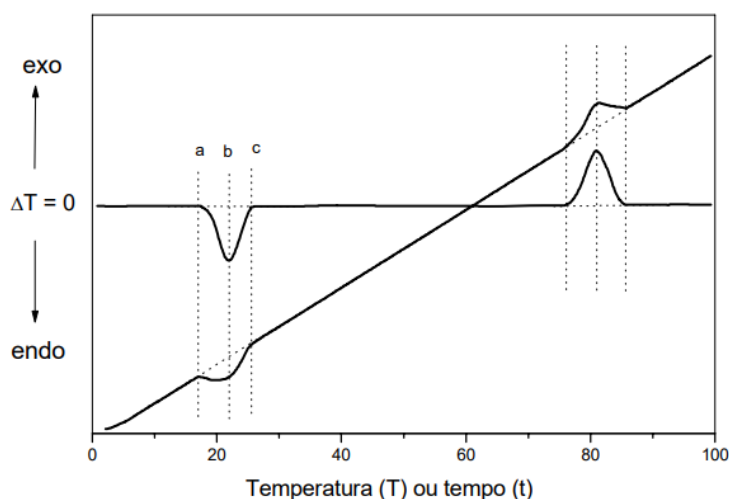
4.4 CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)

A calorimetria exploratória diferencial é relacionada aos efeitos de calor associados com alterações químicas ou físicas de uma amostra, com transições de fase (fusão, ebulição, mudanças de estruturas cristalinas) ou reações de desidratação e decomposição. Em termos gerais, essas transições de fase, desidratações e decomposição criam efeitos endotérmicos, enquanto as cristalizações e oxidações criam efeitos exotérmicos. Em função de uma temperatura controlada, é possível medir a diferença da energia que foi fornecida a uma substância e a um material de referência dentro de um calorímetro (Ionashiro; Caires; Gomes, 2015).

A técnica termoanalítica de calorimetria exploratória diferencial (DSC) tem como objetivo analisar quais os efeitos do calor nas mudanças físicas e químicas da amostra, por meio da variação de entalpia (ΔH) entre uma amostra e um material de referência, quando submetidos de forma simultânea a uma variação de temperatura. A referência mais comumente utilizada é um cadinho de alumínio vazio (Mitić et al., 2017).

Uma curva característica é obtida ao final da análise, representada em forma de picos que possibilitam a verificação da temperatura de início (T), de pico (TP) e de conclusão (TC) do evento. A área em relação à linha base é equivalente ao ΔH do sistema, indicando se o evento térmico foi endotérmico ou exotérmico (Colman; Demiate; Schnitzler, 2014; Wang *et al.*, 2015; Delinski *et al.*, 2017).

Figura 8 - Demonstração de uma curva DSC



Fonte: Ionashiro, Cairo e Gomes (2012).

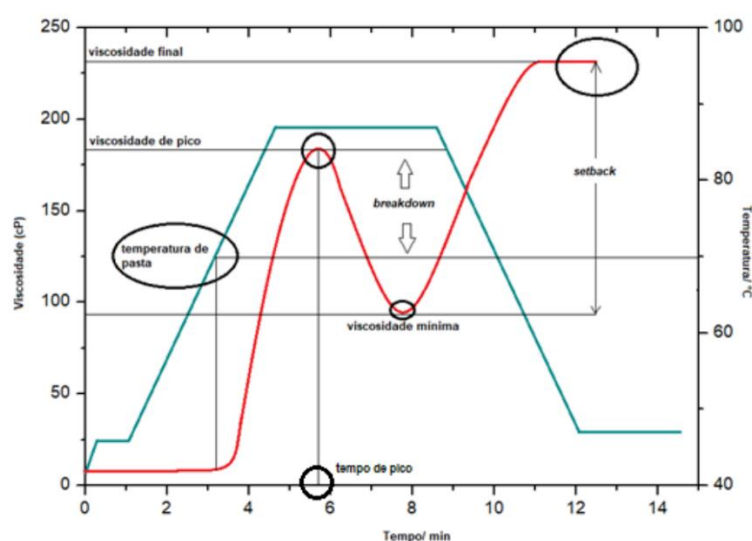
4.5 MICROSCOPIA ELETRÔNICA (MEV-FEG)

A microscopia eletrônica de varredura por efeito de campo (MEV/FEG) é uma técnica que permite a obtenção de imagens que demonstram a morfologia do grânulo de amido, além da possibilidade de aferição do tamanho médio das partículas, por meio dos *softwares* acoplados ao equipamento. É de extrema importância quando aplicadas modificações nos amidos, com o objetivo de avaliar o resultado dessas modificações estruturais, podendo se comparar esses resultados com a microscopia da fonte nativa e verificar como a modificação alterou o grânulo (Wang *et al.*, 2019; Zhu; Liu, 2020).

4.6 VISCOAMILOGRAFIA

Para avaliar o perfil de pasta de amidos utiliza-se a técnica de viscoamilografia (RVA), na qual são obtidas as propriedades viscoelásticas da pasta. A pasta é formada devido à hidratação do amido e inchamento do grânulo (retenção de água). Os dados da RVA são obtidos através da aplicação de tensões de cisalhamento na amostra (amido e água). A Figura 9 representa uma curva RVA, na qual são obtidos os parâmetros: pico de viscosidade, queda de viscosidade, viscosidade final, viscosidade mínima (trough viscosity) e setback, que reflete a tendência de retrogradação da amilose na pasta de amido (Wang *et al.*, 2015).

Figura 9 - Exemplificação de uma curva de RVA



Fonte: A autora (2022).

De acordo com a Figura 9:

- **Curva vermelha:** mudança da viscosidade da amostra em função do tempo.
- **Curva azul:** aquecimento do sistema em função do tempo.
- **Temperatura de pasta (°C):** temperatura na qual a suspensão de amido e água forma uma pasta.
- **Tempo de pico (min):** tempo que a suspensão levou para obtenção da maior viscosidade de pasta.
- **Viscosidade de pico (cP):** maior viscosidade obtida.
- **Viscosidade mínima – trough viscosity (cP):** viscosidade mínima obtida após a formação da pasta.
- **Setback:** tendência de retrogradação da amilose na pasta de amido.
- **Quebra de viscosidade – breakdown viscosity (cP):** diferença entre a viscosidade de pico e a viscosidade mínima obtida.
- **Viscosidade final (cP):** viscosidade obtida após rampa de redução de temperatura.

4.7 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER

Quando uma amostra é submetida a região do infravermelho médio (400-4000 cm^{-1}), através dos espectros obtidos pela FTIR, a identificação dos grupos funcionais se dá a partir das ligações químicas e é possível a partir do registro de sua vibração em frequências específicas (Silverstein; Webster; Kiemle, 2007). O FTIR pode ser utilizado para monitorar as alterações que ocorrem na estrutura do amido, tais como cristalinidade, ordem estrutural e retrogradação, além do teor de umidade (Capron *et al.*, 2007; Pinto *et al.*, 2015).

Cada comprimento de banda determina uma região específica do amido, assim, a banda ao redor de 1022 cm^{-1} caracteriza a região amorfa do grânulo, enquanto a 1047 cm^{-1} representa à região cristalina, sendo esta composta por uma sobreposição de duas bandas em 1040 e 1053 cm^{-1} . O cálculo da razão da intensidade das bandas 1045/1022 cm^{-1} representa a relação entre a região cristalina e amorfa no grânulo, sendo que maiores valores indicam maior fase cristalina no amido (Daudt ,

2016). Assim, a FTIR se destaca como uma técnica analítica fundamental para estudos abrangentes na área de caracterização de materiais e análise estrutural.

5 MATERIAIS E MÉTODOS

5.1 MATÉRIA-PRIMA

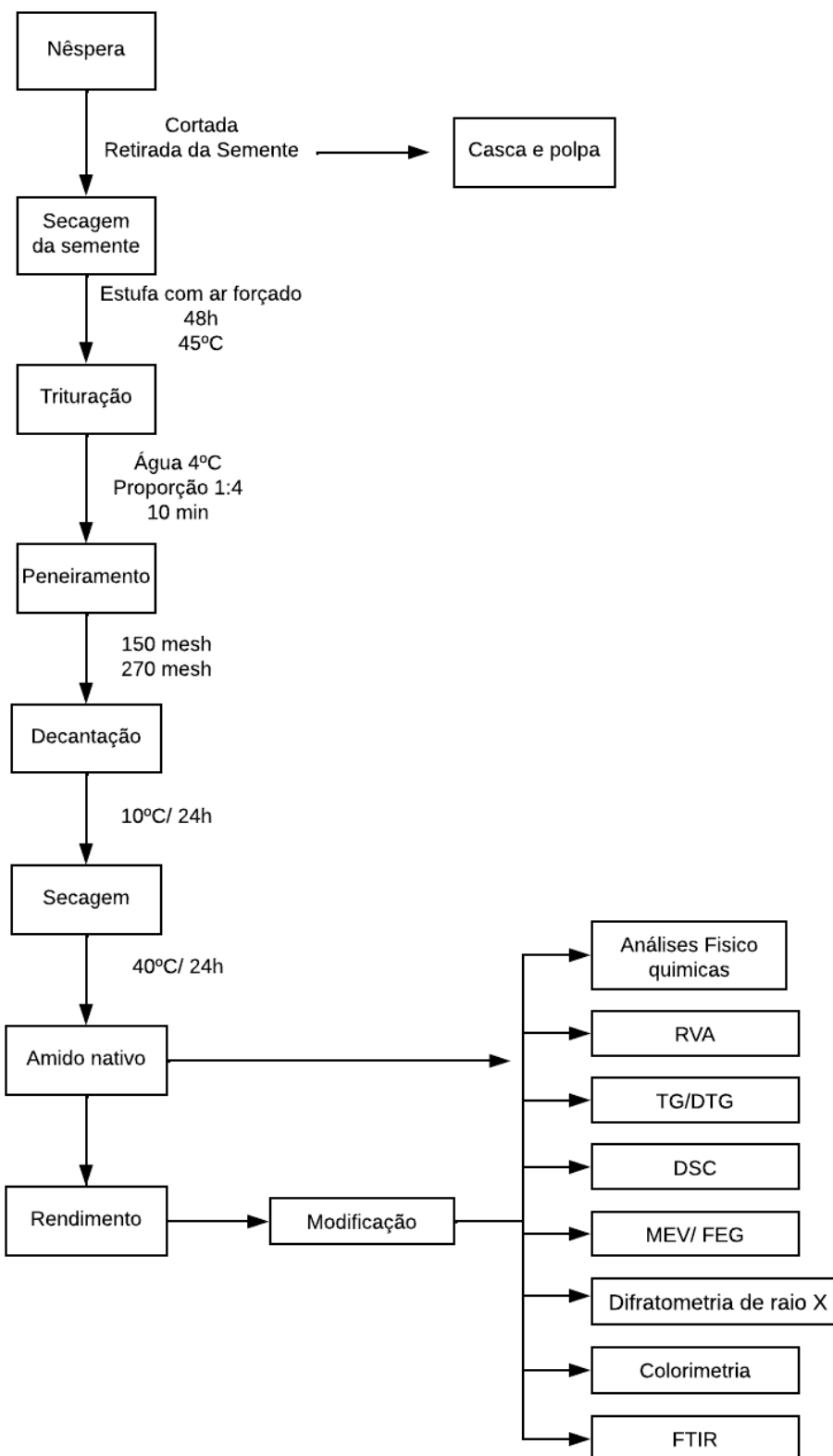
As sementes de nêspera utilizadas foram extraídas de frutos em estágio maduro, provenientes de árvores de cultivar silvestre, situadas na cidade de Caetano Mendes – PR, latitude 24°37'35"S e longitude 50°38'24"W, no mês de junho de 2022. Foram considerados frutos maduros aqueles de coloração amarela, tendendo ao laranja.

5.2 MÉTODOS DE OBTENÇÃO DO EXTRATO AMILÁCEO

O material amiláceo foi extraído em meio aquoso, sem tratamento químico, com adaptação da metodologia descrita por Bet *et al.* (2016) e Bet *et al.* (2018), representado no fluxograma na Figura 10.

Primeiramente as sementes foram retiradas do fruto, secas em estufa de circulação de ar por 48h a 45°C. Foram separadas de suas espículas e trituradas em liquidificador industrial. O amido das sementes moídas foi extraído com água destilada (1:4, m/m) sob agitação por 10 min. O extrato líquido obtido foi filtrado em peneira de 150 mesh e depois passando por peneira de 270 mesh, mantido por 24h em repouso sob refrigeração. Decorrido o tempo, o decantado passou por secagem em estufa com circulação de ar a 40°C por 24h. O amido seco foi triturado e peneirado para padronização, armazenado em frascos e mantido em dessecador para análises.

Figura 10 - Fluxograma da extração do amido de semente de nêspera



Fonte: A autora (2022).

Cálculo de Rendimento

$$R\% = \frac{A}{M} \times 100 \quad (1)$$

5.3 CARACTERIZAÇÃO

5.3.1 Análises físico-químicas

A análise centesimal foi realizada de acordo com as metodologias oficiais AOAC para proteínas (920.87), lipídios (968.20), cinzas (923.03), umidade (934.01) e fibra alimentar (994.43). O teor de carboidratos foi calculado por diferença.

5.3.2 Análise colorimétrica

Para a análise de cor do amido nativo seguiu-se a metodologia proposta por Falade e Omiwale (2015), os amidos de nêspera foram analisados em triplicata por um colorímetro (MiniScan EZ 4500L Reston, EUA) previamente calibrado em fundo preto seguido do fundo branco. Os parâmetros de cores como: eixo L* refere-se à luminosidade, onde valor 0 = preto e 100 = branco. O valor do eixo a* caracteriza a região de vermelho-verde, onde (+a*) = vermelho e (-a*) = verde e o valor b* das amostras indica a faixa de cores, onde valores positivos de b* são amarelos, negativos são azuis e zero é neutro.

5.3.3 Difractometria de raios pelo método do pó

O padrão de difração dos amidos nativos e modificados foi determinado pela adaptação do método descrito em Kuk *et al.* (2017). Um difratômetro de raios X, modelo Ultima 4, (Rigaku, Japão) localizado no Complexo de Laboratórios Multiusuário da Universidade Estadual Ponta Grossa (C-Labmu) foi utilizado, aplicando uma radiação Cu K α ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$), com variação angular de 5 a 50 ° (2 θ), velocidade angular de 2 ° min⁻¹ (2 θ), step de 0,02 ° (2 θ), ajuste dos parâmetros em 40 kV e 20 mA. O grau de cristalinidade relativa das amostras foi obtido com o auxílio do *software* conforme a metodologia de Colman, Demiate e Schnitzler (2014), através da proporção entre a área superior e a difração total (Equação 2).

$$X_c \% = \frac{A_p}{A_p + A_b} \times 100$$

(2)

Onde: X_c = cristalinidade relativa (%);

A_b = área total integrada da curva;

A_p = integração da área dos picos.

5.3.4 Análise Termogravimétrica (TG/DTG)

Para obtenção das curvas termogravimétricas das frações amiláceas nativas e modificadas seguiu-se a metodologia descrita por Bet *et al.* (2018), utilizando equipamento TGA-50 (Shimadzu, Japão), previamente calibrado com peso padrão e confirmado com oxalato de cálcio mono-hidratado. Aproximadamente 8 mg de cada amostra foram pesadas e dispostas em cadinhos de alumina. A temperatura inicial foi de 30 °C e a final 650 °C, a taxa de aquecimento utilizada foi de 10 °C min⁻¹, sob fluxo de ar comprimido de 150 mL min⁻¹. As porcentagens referentes à perda de massa das amostras e as curvas DTG foram obtidas por meio do software de análise de dados TA-60 WS.

5.3.5 Calorimetria exploratória diferencial (DSC)

Para obtenção das curvas de calorimetria exploratória diferencial das frações amiláceas nativas e modificadas seguiu-se a metodologia descrita por Bet *et al.* (2018).

As curvas de gelatinização das amostras foram determinadas pelo equipamento DSC – Q200 (TA instruments, EUA), previamente calibrado com padrão de Índio (99,99% grau de pureza - ponto de fusão: 156,6 °C; ΔH fusão: 28,56 J / g). Para a execução de cada análise foi adicionada aproximadamente 2,5 mg de amido, em base seca, à água deionizada, em uma proporção de 4:1 em massa água: amido (m/m). Em cadinhos de alumínio posteriormente selados e mantidos em repouso por 60 minutos visando-se equilibrar o teor de umidade e inchamento do grânulo (Oliveira *et al.*, 2014).

O fluxo de ar comprimido foi de 50 mL min⁻¹, temperatura de 20 até 100 °C com razão de aquecimento de 5 °C por minuto. Para determinação das temperaturas e entalpias foi utilizado o programa Universal Analysis-2000 (Kubiaki *et al.*, 2018).

5.3.6 Microscopia eletrônica de Varredura (MEV/FEG)

As propriedades morfológicas das amostras de amido nativo e modificados foram determinadas por meio de microimagens geradas a partir de um microscópio eletrônico MIRA 3 (Tescan, República Checa), disponível no Complexo de Laboratórios Multiusuários da Universidade Estadual Ponta Grossa (C-Labmu). As amostras foram dispostas em fitas de carbono e metalizadas com ouro, promovendo assim, a condutividade dos elétrons presentes na amostra. A tensão de aceleração determinada foi de 15 kV e a ampliação de 2000x e 3000x (Lazzarotto *et al.*, 2017; Ito *et al.*, 2018).

5.3.7 Viscoamilografia

Para obter o perfil de pasta das amostras através de um viscoamilógrafo, modelo RVA-4 (Newport, Austrália), a metodologia proposta por Ito *et al.* (2018) foi utilizada com algumas adaptações. A umidade presente nas amostras foi determinada por meio de uma balança analisadora de umidade por infravermelho (Sartorius MA 35M-000230V1, AR, Alemanha), com temperatura de 105 °C durante 15 minutos. Suspensões de 8% (g.g⁻¹) em base seca foram misturadas com água deionizada até obter 28 g de massa final. Para a obtenção da massa de amido necessária a ser misturada com a água deionizada, a Equação 3 foi utilizada, uma vez que 2,24g de amostra em base seca são necessários:

$$\begin{aligned}
 100 \text{ g} &\rightarrow (100 \text{ g} - U) \\
 x &\rightarrow 2,24 \text{ g} \\
 x &= \frac{224}{100 - U}
 \end{aligned}
 \tag{3}$$

Onde: x = massa amido a ser aferida (g);

U = umidade do amido nativo.

O sistema de aquecimento e arrefecimento controlado foi realizado sob agitação constante, mantendo 50 °C durante 2 minutos, aquecido de 50 °C a 95 °C a 6 °C min⁻¹, mantido a 95 °C por 5 minutos, resfriando a 50 °C a 6 °C min⁻¹ e mantendo a 50 °C por 2 minutos.

5.3.8 Espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

O espectrômetro de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) foi o de modelo IRPrestige21; Shimadzu Corp., Kyoto, Japão, onde as amostras foram caracterizadas. Para a realização da análise, foram produzidos pellets a partir de 2 mg da amostra (base seca) e 100 mg de KBr seco. Os espectros foram obtidos na resolução de 4 cm⁻¹ e uma média de 64 varreduras na região de 4000-400 cm⁻¹ (Dupuis *et al.*, 2017).

5.4 MODIFICAÇÃO FÍSICA

Os grânulos foram modificados por aplicação do ultrassom, realizado com o auxílio do equipamento USC 1400, frequência constante de 20 kHz e potência de saída do gerador de 750 W. As ondas de ultrassom foram aplicadas em suspensões de amido e água deionizada (10 % m/v), mantidas em banho de gelo a fim de controlar o aquecimento do amido durante o processo. O tratamento das amostras foi estipulado em 30 minutos, com amplitudes de 40%, 50%, 60% e 70%, com temperatura controlada de 45 °C, a fim de evitar a gelatinização do amido durante a sua modificação (Liu *et al.*, 2018).

5.5 ANÁLISE ESTATÍSTICA

As análises foram realizadas em triplicata e verificadas quanto à diferença entre as médias pela análise de variância (ANOVA). Em seguida, o teste de Tukey foi aplicado para diferenciar as amostras com 95 % de confiança ($p < 0,05$). Foi utilizado o *software* Action Stat versão 3.3 (Estatcamp, São Paulo, Brasil).

6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

6.1 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS

As análises físico-químicas para caracterização da composição proximal do amido de nêspera nativo estão presentes na Tabela 1.

Tabela 1 - Composição proximal do amido de nêspera nativo

Amostra	Umidade (%)	Cinzas (%)	Proteínas (%)	Lipídios (%)	Fibra Alimentar (%)	Carboidratos por diferença (%)
Amido Nativo	5,48 ± 0,1	1,37 ± 0,02	3,56 ± 0,09	0,19 ± 0,007	4,51 ± 0,13	84,77 ± 0,35

Fonte: A autora (2023).

A amostra de amido nativo apresentou um teor de umidade abaixo de 15% (5,48%) e um teor de cinzas abaixo de 1,4% (1,37%), de acordo com a legislação brasileira para amidos comerciais (Brasil, 2005). O teor de proteína (3,56%) é ligeiramente superior ao encontrado em literatura (Barbi *et al.*, 2018; Lopes *et al.*, 2018). Essas diferenças podem ser devidas à variação das cultivares e pelos diferentes métodos de extração do amido.

O teor de lipídios para a amostra de amido nativo de nêspera (0,19%) é ligeiramente semelhante a outros valores de amidos de sementes na literatura, como demonstrado para o amido de milho (0,51%) (Yuan; Thompson; Boyer, *et al.*, 1993). Costa *et al.* (2022) encontrou um teor de lipídios de 0,34% para o amido de semente de nêspera.

Considerando a literatura sobre amidos (Hoover, 2001), quanto menor o teor de proteínas, cinzas, lipídios e fibras, melhor será a qualidade e a pureza do amido.

6.2 RENDIMENTO DE EXTRAÇÃO

A massa total de amido nativo extraído (A = 48,936 g) foi pesada após secagem em estufa (45 °C / 24h). Para massa total de matéria prima utilizada considerou-se o peso da semente de nêspera descascada (M = 203,265 g).

Extração

$$R\% = \frac{A}{M} \times 100$$

$$R\% = \frac{48,936}{203,265} \times 100$$

$$R = 24,075\%$$

Onde: A= 48,936 g de amido nativo seco;

M = 203, 265 g de semente de nêspera seca e descascada.

Obteve-se um rendimento abaixo de 25%, podendo este ser explicado devido à ausência do uso de elementos químicos e altas temperaturas durante o processo de extração. O processo de extração do amido foi realizado a partir da semente seca, sem pré-operações. Outros autores como Guo *et al.* (2018) e Nawab *et al.* (2016) obtiveram o rendimento entre 70% e 75%, seguindo o método de hidrólise de HClO₄. O ácido perclórico é conhecido por ser um agente oxidante forte e a hidrólise com esse ácido é muitas vezes empregada para decompor substâncias orgânicas complexas ou para facilitar a análise de elementos específicos (Nunes *et al.*, 2021).

6.3 ANÁLISE COLORIMÉTRICA

O sistema de cores estabelecido pela Comissão Internacional de Iluminação (CIE) oferece uma definição precisa do espaço de cores. Dentro desse sistema, a percepção das cores se baseia em três componentes essenciais: luminosidade ou brilho, matiz ou tonalidade e saturação ou intensidade cromática. A teoria subjacente parte do pressuposto de que os seres humanos possuem três tipos de cones receptores de cores, especificamente sensíveis ao vermelho, verde e azul. Através da combinação dessas cores primárias, todas as outras tonalidades são geradas.

Os parâmetros colorimétricos de amidos nativos e modificados são mostrados na Tabela 2. O valor de L* (luminosidade) dos amidos de nêspera variou significativamente (p < 0,05) de 66,96 a 62,71, mostrando uma diminuição no valor de L* para os amidos modificados com ultrassom nas porcentagens de 60% e 70%. Costa *et al.* (2022) relatou um valor de L* maior (79,23) devido a sua extração em pH neutro.

A cavitação induzida pelo tratamento com ultrassom provoca o colapso das bolhas, resultando em colisões de alta velocidade entre as partículas e no impacto dos jatos líquidos na superfície dos grânulos de amido. Esse fenômeno pode ser responsável pela passagem de pigmentos, impurezas ou até mesmo compostos antioxidantes por meio de fissuras na estrutura dos grânulos de amido. Esse processo possibilita a ligação das moléculas de amido e, como consequência, a redução da alvura do material.

De acordo com Sit, Misra e Deka (2014), a cor é uma importante característica relacionada à qualidade do amido.

Tabela 2 - Parâmetros de cor dos amidos

Farinhas	L	a*	b*
Nativo	65,07±0,14 ^{bc}	9,59±0,05 ^a	20,75±0,19 ^a
40%	66,85±0,23 ^a	8,65±0,02 ^b	18,71±0,03 ^c
50%	65,30±0,17 ^b	8,50±0,06 ^b	17,86±0,17 ^c
60%	62,61±0,19 ^d	7,99±0,08 ^c	16,89±0,30 ^d
70%	64,46±0,18 ^c	7,99±0,09 ^c	16,86±0,19 ^d
p-valor	<0,001	<0,001	<0,001

Fonte: A autora (2023).

Nota: ^{abcd} Letras diferentes na mesma coluna representam diferenças significativas de acordo como o Teste de Tukey (p<0,05).

Os resultados do estudo demonstraram que a modificação por ultrassom teve um impacto significativo nos valores a* e b* das amostras, resultando em uma diminuição no vermelho (a*) e diminuição do amarelo(b*), em comparação com o amido nativo. Esse efeito de redução na intensidade da cor do amido após a modificação por ultrassom também foi corroborado em pesquisas anteriores (Krishnakumar; Sajeev, 2017; Bernardo *et al.*, 2018).

Um menor viés em direção ao amarelo foi associado a um conteúdo mais baixo de proteína, resultando na diminuição do valor de cromaticidade b*, conforme destacado por Zhang *et al.* (2005).

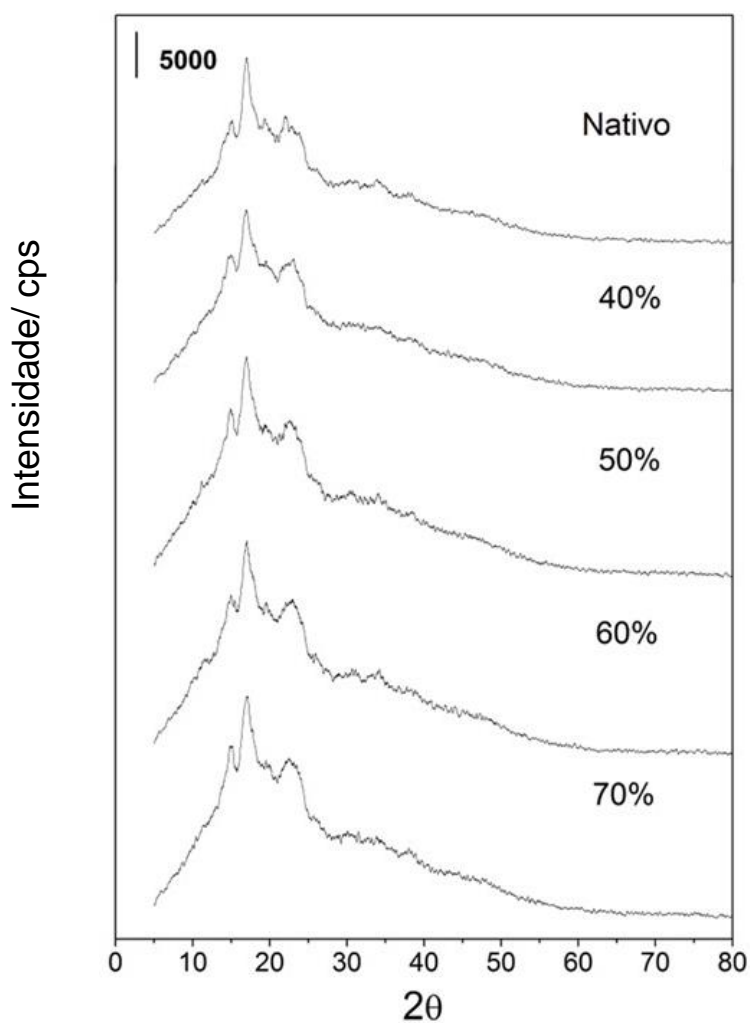
Bernardo *et al.* (2018) observaram um aumento na tonalidade amarela (b*) no amido de cará-do-ar, o qual foi atribuído à liberação de pigmentos durante a quebra

da estrutura celular. Esses pigmentos, então, passaram pela peneira usada para isolar o amido. Essa mesma observação foi sugerida por Sit, Misra e Deka (2014) em seu estudo sobre o amido de taro extraído por ultrassom.

6.4 DIFRATOMETRIA DE RAIOS PELO MÉTODO DO PÓ

Os padrões de difração de raios X (DRX) para as amostras de amido de nêpera nativo e modificados são mostrados na Figura 11 e as porcentagens de cristalinidade relativa são encontrados na Tabela 3.

Figura 11 - Padrões de difração de raios X (DRX) para as amostras de amido de nêpera nativo e modificados 40, 50, 60 e 70%



Fonte: A autora (2023).

Tabela 3 - Cristalinidade e picos para o padrão de difração

Amostra	Cristalinidade Relativa (%)	Desvio Padrão
Nativo	27,77 ^a	0,001
40%	21,01 ^c	0,001
50%	25,02 ^{ab}	0,01
60%	25,31 ^b	0,001
70%	27,29 ^{ab}	0,001

Fonte: A autora (2023).

Nota: ^{abcd}Letras diferentes na mesma coluna representam diferenças significativas de acordo como o Teste de Tukey ($p < 0,05$).

Os principais picos observados nos difratogramas para os amidos de nêpera foram 15°, 17° e 23°, sendo o pico de 17° o mais acentuado. Isso lhes confere um padrão de difração tipo C. Li, Fan e Hu *et al.*, (2023) encontraram valores parecidos dos picos em 5,6°, 15,1°, 17,1°, 17,9° e 23°, que representavam os picos característicos combinados do amido tipo A e tipo B e indicaram que o amido de caroço de nêpera era um amido complexo do tipo C. Estes dados estão de acordo com Costa *et al.*, (2022). Uma mistura de amidos tipo A e tipo B é produzida por certas raízes e sementes (Vithu *et al.*, 2020).

Níveis mais elevados de cristalinidade estão inter-relacionados com menor teor de amilose, porque o grau de cristalinidade mostrou-se inversamente proporcional ao teor de amilose. Assim, o teor de amilose no amido é altamente responsável pela retrogradação, por isso, apresenta efeito negativo nas composições dos alimentos, devido à ocorrência de gelatinização em altas temperaturas.

Foram observados que os picos permaneceram semelhantes depois da modificação, não sendo suficiente para provocar grandes alterações nos picos.

6.5 ANÁLISE TERMOGRAVIMÉTRICA (TG/DTG)

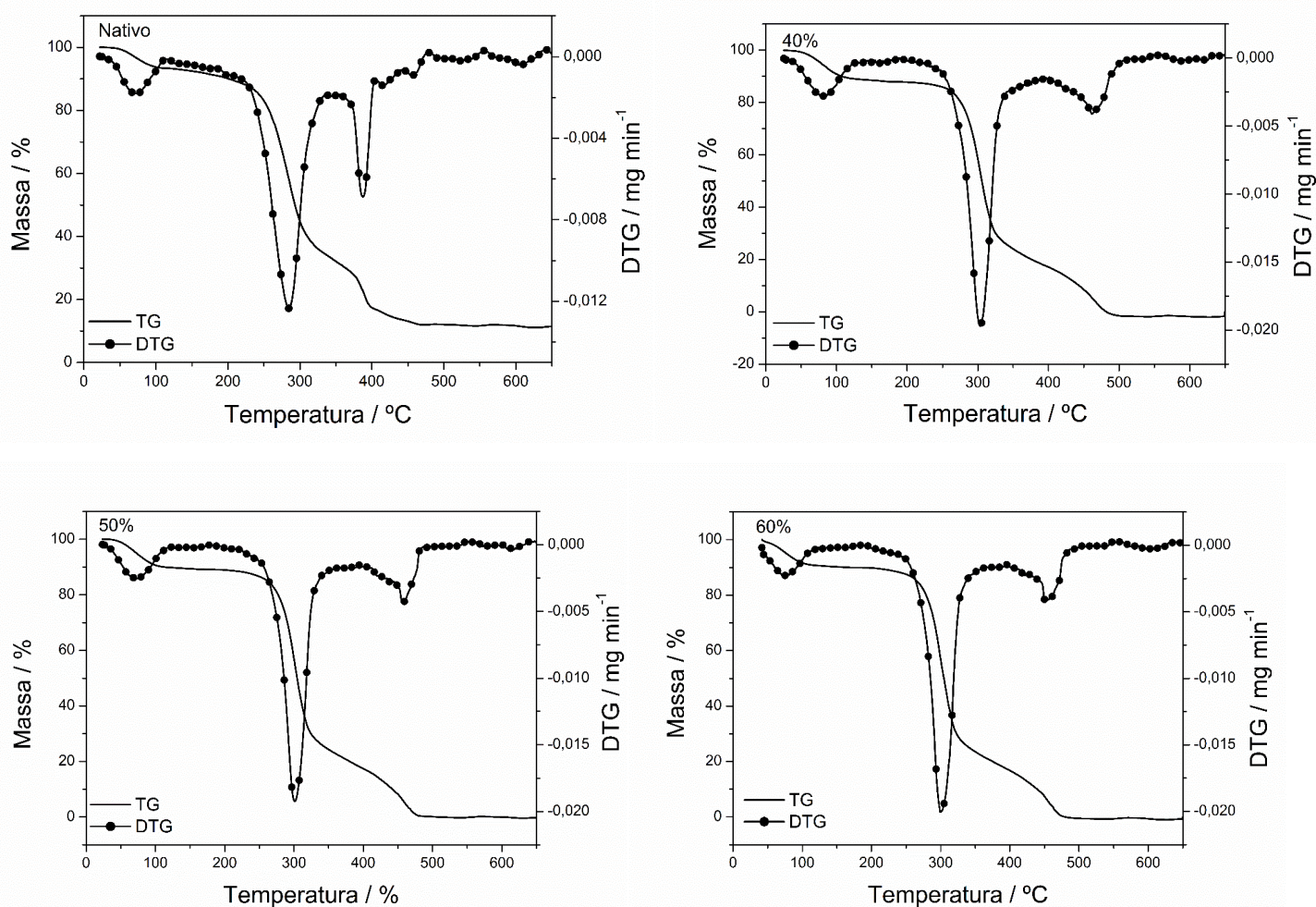
O método de submeter o amido a diferentes faixas de temperatura, tanto elevadas quanto baixas, é amplamente empregado nas indústrias de alimentos e na fabricação de materiais baseados em amido. Durante o processamento de alimentos, a degradação térmica e o monitoramento da estabilidade dos materiais que contêm amido são fatores cruciais. Isso possibilita a compreensão dos mecanismos de

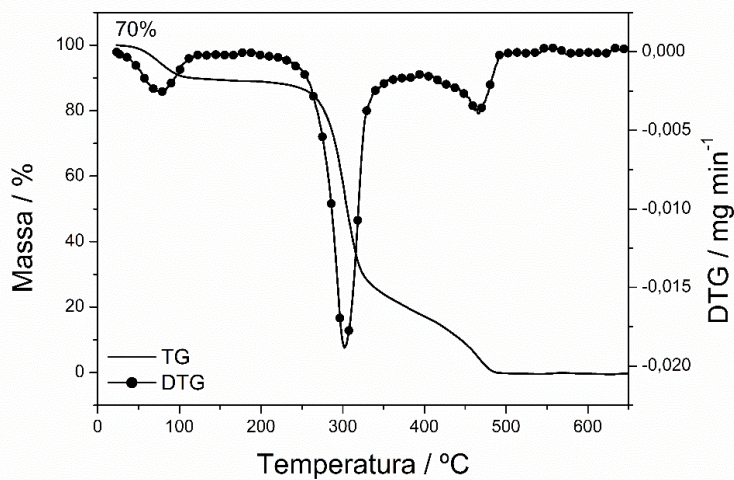
degradação e o acompanhamento do comportamento das estruturas de amido durante o tratamento térmico, conforme discutido por Liu *et al.* (2018).

A técnica de termogravimetria tem sido aplicada para investigar a estabilidade térmica e a decomposição de polímeros. Quando usada em conjunto com outras análises, a termogravimetria pode oferecer informações mais precisas para a compreensão das propriedades térmicas de amidos, sejam eles nativos ou modificados, como destacado em estudos anteriores conduzidos por Sowińska-Baranowska, Maciejewska e Duda (2022). O amido de nêspera apresentou 3 perdas de massa, assim como o amido de amaranto (Delinski *et al.*, 2021).

As curvas termogravimétricas obtidas para o amido de nêspera são exibidas na Figura 12.

Figura 12 - Curvas TG para amido de nêspera nativo e modificados 40, 50 e 70%





Fonte: A autora (2023).

Conforme visualizado nas curvas termogravimétricas, as amostras de amido de nêspera apresentaram três perdas de massa, sendo a primeira relacionada à perda de umidade, variando entre 6,70-11,21%, conforme Tabela 4. A umidade do amido foi menor do que a encontrada por Costa *et al.* (2022) em seu estudo de amido de nêspera.

A segunda etapa envolveu a despolimerização da amilose e amilopectina, bem como a degradação do amido, seguida pela oxidação da amostra até a formação das cinzas. De acordo com as observações feitas por Bet *et al.* (2018), a segunda etapa de perda envolve a despolimerização das cadeias de amilose e amilopectina. A amilose, por exemplo, exibe uma faixa de temperatura endotérmica de fusão entre 140°C e 180°C.

As curvas de Derivada Térmica Gravimétrica (DTG) são úteis para distinguir os eventos de perda de massa, pois indicam a taxa de decomposição em relação à temperatura, conforme observado por Andrade *et al.* (2020).

Tabela 4 - Resultados do TG/DTG do amido nativo e modificado no ultrassom

Amostras	Evento térmico	1 ^a	E	2 ^a	3 ^a
Amido nêspera nativo	Ti-Tf, °C	30,00 - 115,81	115,81 – 156,40	156,40- 342,86	342,86 – 494,86
	Tp, °C	72,00		284,65	387,65
	Δm, %	6,70		62,82	27,43
Amido nêspera modificado 40%	Ti-Tf, °C	30 – 137,13	137,13 – 235,18	235,18 – 369,36	369,36 – 521,75
	Tp, °C	82,37		303,18	461,72
	Δm, %	10,21		64,44	22,97
Amido nêspera modificado 50%	Ti-Tf, °C	30 - 131,92	131,92 – 221,75	221,25 – 369,43	369,43 – 504,02
	Tp, °C	72,97		300,83	456,54
	Δm, %	10,45		64,87	21,73
Amido nêspera modificado 60%	Ti-Tf, °C	30 – 130,10	130,10 – 230,33	230,33 – 370,47	370,37 – 507,07
	Tp, °C	73,61		299,32	451,42
	Δm, %	9,54		66,41	21,46
Amido nêspera modificado 70%	Ti-Tf, °C	30 - 136,27	136,27 – 229,20	229,20 – 366,01	366,01 – 516,22
	Tp, °C	76,47		302,27	465,86
	Δm, %	10,36		65,71	21,22

Fonte: A autora (2023).

Nota: Δm = perda de massa (%); Ti – Tf = Temperatura inicial e final (°C) em cada ponto (evento térmico); T_p = Temperatura de pico (°C); E = estabilidade.

Os amidos de nêspera obtiveram três eventos principais de perda de massa. A primeira perda ocorreu a 30 – 136,27 °C. O pico de temperatura calculado pela DTG no primeiro evento variou de 72,0 °C a 82,37 °C, seguido por um período de estabilidade, variando de 115,81 a 235,18°C, sendo o maior intervalo para a amostra US40 % (137,13 – 235,18 °C) em relação ao amido nativo.

A decomposição e oxidação da matéria orgânica ocorrem em etapas consecutivas, durante a segunda e terceira perda de massa, como mencionado por Oliveira *et al.* (2014). A menor temperatura de início da degradação foi observada no amido nativo, registrando 156,40°C, já a maior temperatura foi 235,18°C para a amostra US40 %.

O uso de ultrassom tem a capacidade de quebrar as cadeias de amido, sendo que as cadeias mais longas e lineares são afetadas de maneira mais rápida do que

as moléculas com menor peso molecular. Isso ocorre porque as moléculas maiores têm tempos de relaxamento mais prolongados, tornando-as mais suscetíveis à ação do ultrassom. Essas mudanças no comportamento térmico podem estar associadas ao colapso das bolhas de alta intensidade no meio líquido, liberando uma quantidade significativa de energia. Esse processo resulta na formação de pontos quentes na suspensão, os quais desempenham um papel crucial na quebra das moléculas de amido ou na desestruturação delas. Conseqüentemente, ocorre a perda de alinhamento entre a amilose e a amilopectina. Isso significa que as moléculas de amido dispersas no meio líquido podem se unir com diferentes forças atrativas, como explicado por Cui e Zhu (2020).

O processo de despolimerização de amidos geralmente começa acima de 300 °C e pode ser confirmado através do pico de temperatura (T_p) registrado pela DTG durante a segunda perda de massa (Oliveira *et al.*, 2014). As amostras modificadas apresentaram uma temperatura mais elevada em comparação com a amostra de amido nativo, que apresentou a temperatura inicial (T_i) mais baixa (387,65 °C).

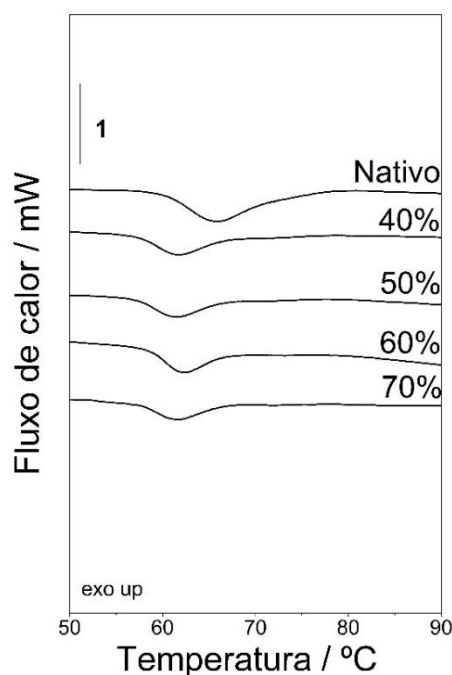
O teor de cinzas das amostras foi de 3,03 % (nativo), 2,38 % (US40 %), 2,95 % (US50 %), 2,59 % (US60 %), 2,71 % (US70 %), respectivamente e, estando relacionado à quantidade de minerais que permanecem após a extração aquosa.

6.6 CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL (DSC)

Aquecer os grânulos de amido na presença de água provoca o inchamento devido ao rompimento da estrutura cristalina e ligações de hidrogênio formadas entre a água e os grupos OH da amilose e amilopectina (Singh *et al.*, 2003).

Conseqüentemente, ocorrem alterações em sua composição, resultando na desestabilização da estrutura cristalina interna dos grânulos quando a temperatura alcança uma faixa específica, conforme observado em estudos de Kawai *et al.* (2012), Schirmer *et al.* (2013); Funami *et al.* (2005). Este fenômeno chamado de gelatinização pode ser avaliado por DSC, representado pelo evento endotérmico exibido por todas as amostras, conforme mostrado na Figura 13.

Figura 13 - Curvas DSC do amido nativo e modificados por ultrassom



Fonte: A autora (2023).

Observou-se um deslocamento para a esquerda do início da curva de gelatinização do amido, sugerindo uma diminuição da temperatura inicial. O estreitamento do pico relacionado ao tratamento de ultrassom pode sugerir que a sonicação distorceu as partes amorfas e não organizadas do grânulo de amido e, em seguida, a homogeneidade do amido aumentou (Amini; Razavi; Mortazavi, 2015).

Os resultados referentes ao estudo da gelatinização do amido de nêspera nativo e modificados estão apresentados na Tabela 5.

Tabela 5 - Resultados do DSC do amido nativo e modificados

(continua)

	To/°C	Tp/°C	Tc/°C	DH J.g⁻¹
Nativo	60,19±0,45 ^a	65,37±0,28 ^a	70,64±0,16 ^a	3,71±0,19 ^c
40%	57,27±0,16 ^c	61,46±0,14 ^c	66,59±0,06 ^c	4,53±0,13 ^a
50%	57,46±0,11 ^c	61,38±0,05 ^c	66,38±0,18 ^c	4,36±0,13 ^{ab}

Tabela 5 - Resultados do DSC do amido nativo e modificados

(conclusão)

	To/°C	Tp/°C	Tc/°C	DH J.g ⁻¹
60%	58,73±0,29 ^b	62,18±0,05 ^b	66,23±0,05 ^c	4,23±0,29 ^{ab}
70%	57,64±0,26 ^c	61,62±0,09 ^c	67,10±0,17 ^b	3,95±0,12 ^{bc}

Fonte: A autora (2023).

Nota: (*) To temperatura inicial, Tp pico de temperatura, Tc temperatura de conclusão, ΔHgel entalpia de gelatinização. Os valores seguidos pela mesma letra na mesma coluna não apresentam diferenças significativas pelo teste de Tukey (p <0,05).

A amostra tratada com 40% de amplitude mostrou uma ligeira diminuição na temperatura de início (57,27 °C) em relação ao amido nativo. A menor faixa de temperatura de gelatinização (ΔT = 7,53 °C) foi encontrada no amido modificado por ultrassom com 60% de amplitude.

As menores temperaturas de pico (Tp) durante o processo de gelatinização foram obtidas pelas amostras sonicadas (Tabela 3). A amostra US60 % apresentou o menor Tc (66,23 °C).

De forma congruente, Bernardo *et al.* (2018) observaram um comportamento semelhante ao utilizarem níveis mais elevados de ultrassom em amidos de mandioca e inhame. Isso levanta a hipótese de que, ao quebrar os cristais mais frágeis, o amido granular retém aqueles de maior resistência.

O impacto do US nos amidos pode diferir pela fonte botânica, concentração do meio, temperatura, composição do amido, tipo de equipamento utilizado. Estes fatores dificultam a comparação direta de dados experimentais entre diferentes autores (Zhu, 2015). A aplicação do US ocasionou alterações na entalpia de gelatinização do amido de amaranto, relatou Vamadevan *et al.* (2013).

Um padrão semelhante foi confirmado por Bisinella *et al.* (2021), em 2021, após a aplicação de tratamento físico ao amido de arroz orgânico. Além disso, observou-se uma semelhança estatística (p < 0,05) no processo de gelatinização entre as amostras US40 e US50%, com temperaturas de pico (Tp) praticamente idênticas, registrando 61,46–61,38 °C. Estes valores ficaram abaixo dos encontrados na literatura para fontes tradicionais de amido, como o amido de milho (Tp—73,2 °C) e a fécula de mandioca (Tp—69,0 °C), além de inferiores aos amidos não convencionais de amaranto (66,7–68,1 °C) mencionados por Bet *et al.* (2019).

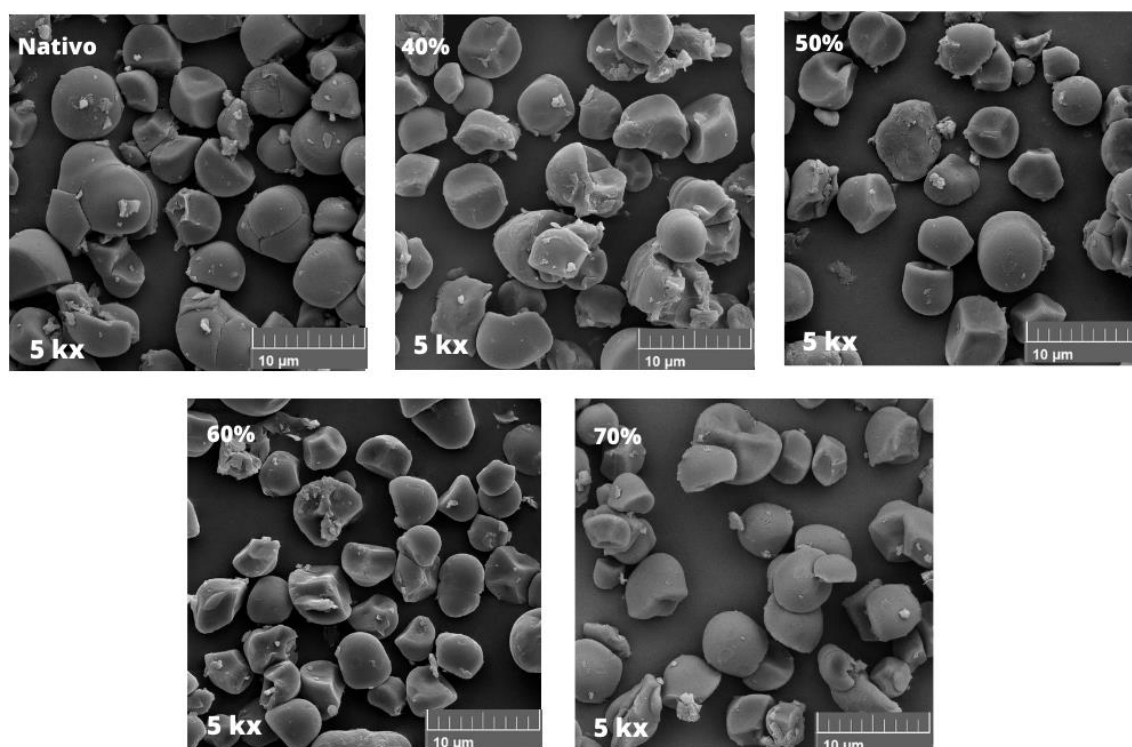
Quando se aplicam parâmetros de ultrassom mais intensos, é possível que ocorram danos nos grânulos de amido, o que pode resultar em modificações na cristalinidade. A cavitação induzida pelo ultrassom facilita a entrada de água na estrutura do amido, acelerando assim o processo de gelatinização e diminuindo a energia de entalpia associada a esse evento (Bernardo *et al.*, 2018).

Não foram observadas mudanças significativas nas entalpias de gelatinização (ΔH_{gel}) entre as amostras US50% e US60% (conforme apresentado na Tabela 3). Isso sugere que as modificações realizadas não foram suficientes para que algumas das hélices duplas, localizadas nas regiões amorfas e cristalinas dos grânulos, fossem completamente quebradas.

6.7 MICROSCOPIA ELETRÔNICA (MEV/FFEG)

Os amidos isolados foram observados usando luz polarizada e microscopia eletrônica de varredura (Figura 14).

Figura 14 - Microimagens de amido de semente de nêspira nativo e modificados 40, 50 60 e 70%



Fonte: A autora (2023).

O amido de nêspera apresentou uma mistura de grânulos irregulares, truncados e esféricos, assim como os amidos de jaca e longan, segundo Guo *et al.* (2018). Li, Fan e Hu (2023) relataram que os grânulos de amido de nêspera eram semicirculares, quadrados e de formato irregular. Já o amido de amaranto apresentou formato poliédrico/poligonal, segundo Bet *et al.* (2018).

As diferenças na morfologia do amido, posição do hilo e tamanho podem ser atribuídas a diferentes origens botânicas, mecanismos biossintéticos do amiloplasto e fisiologia da planta (Sandhu; Singh; Kaur, 2004).

A aplicação do ultrassom (US) em aglomerados de partículas em suspensão pode resultar em dois fenômenos distintos: erosão e fratura. A erosão acontece quando as partículas se desprendem da superfície dos aglomerados originais. Por outro lado, a fratura, também conhecida como "fendilhação", ocorre quando os aglomerados se dividem em agregados menores devido à propagação de fissuras iniciadas em defeitos superficiais. O tipo de processo que ocorrerá depende diretamente dos níveis de energia envolvidos durante a aplicação do ultrassom (Taurozzi; Hackley; Wiesner, 2011).

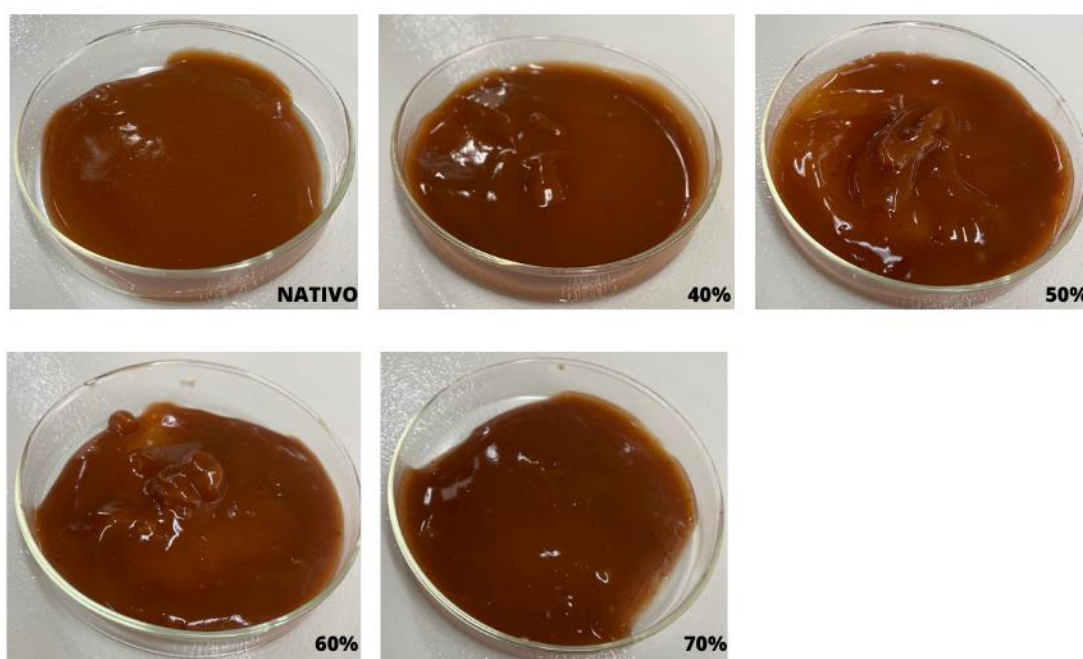
Entretanto, é importante ressaltar que o processo inverso também pode ocorrer. Com a aplicação do ultrassom, os grânulos de amido têm a capacidade de se aglomerar, aumentando em tamanho e alterando sua forma. Isso se deve às ligações liberadas que proporcionam a oportunidade de conectar polímeros entre si (Jambrak *et al.*, 2010).

Em geral, espera-se que a aplicação do ultrassom resulte na formação de poros e rachaduras visíveis na superfície dos grânulos de amido, conforme relatado em estudos anteriores envolvendo amido de trigo e milho modificados por ultrassom (Kaur; Gill, 2019). De acordo com Yang *et al.* (2019), a modificação por ultrassom tende a provocar, principalmente, o surgimento de poros e fissuras na superfície dos grânulos de amido, como observado no caso do amido de arroz. Vale ressaltar que os danos causados aumentam com o aumento da potência do ultrassom. No entanto, é importante observar que o tamanho dos grânulos de amido pode não ser afetado pelo processo de ultrassom.

6.8 VISCOAMILOGRAFIA (RVA)

O Analisador de Viscosidade Rápida (RVA) é um instrumento que avalia as propriedades da pasta de amido por meio de um processo controlado de aquecimento e resfriamento de uma mistura de amido e água, aplicando uma tensão de cisalhamento consistente. O perfil gerado pelo RVA descreve como a temperatura, agitação e o tempo afetam a viscosidade da pasta de amido. Essa representação oferece *insights* significativos sobre os fenômenos de gelatinização do amido, que incluem o inchaço dos grânulos, a liberação de seus componentes e a ruptura deles, assim como a retrogradação do amido, que compreende a redução das distâncias entre as moléculas e a formação de uma estrutura gelatinosa.

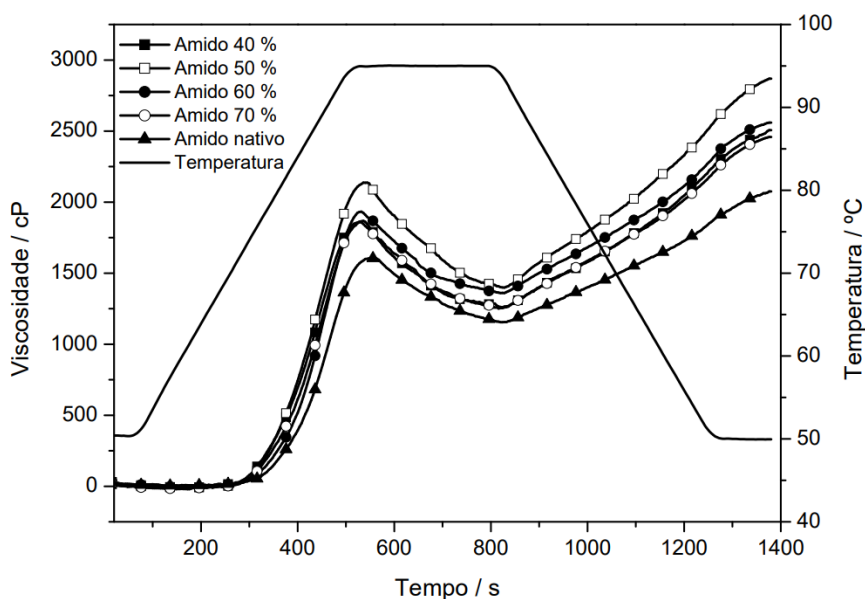
Figura 15 - Pastas de amido de nêpera nativo e modificado por US



Fonte: A autora (2023).

É possível perceber que as pastas apresentaram um aspecto brilhante e que o amido modificado a 50% apresentou textura mais viscosa que a pasta modificada a 70%, que se apresentou mais fluída. Isso pode ser confirmado com as curvas RVA apresentadas na Figura 16.

Figura 16 - Curvas RVA para amido de nêspira nativo e modificado por US



Fonte: A autora (2023).

O amido de nêspira modificado por US apresentou um aumento na viscosidade de pasta em todos os tratamentos. Este aumento foi mais pronunciado quando aplicada amplitude de vibração de 50%, sofrendo redução quando maiores amplitudes foram empregadas.

A redução da viscosidade com o aumento da amplitude de vibração pode ser relacionada à quebra de cadeias longas do amido, reduzindo a força de interação entre as suas partículas, conforme apontado por Wang *et al.* (2020). Zuo *et al.* (2009) complementam que a redução do tamanho dos grânulos de amido pode reduzir a capacidade de retenção de água. A Tabela 6 apresenta os dados extraídos das curvas RVA.

Tabela 6 - Dados referentes à viscosidade de amido de nêspira nativo e modificado

Amido	T _p (°C)	V _p (mPa.s)	V _m (mPa.s)	Breakdown (mPa.s)	V _f (mPa.s)	Retrograd ação (mPa.s)	T _p (s)
Nativo	78,70	1605	1155	450	2705	920	547,80
40%	74,85	1868	1260	608	2606	1246	535,80
50%	74,90	2137	1398	739	2869	1471	535,80
60%	76,40	1933	1360	573	2559	1199	532,20
70%	74,00	1859	1251	608	2458	1207	528,00

Fonte: A autora (2023).

Nota: T_p: temperatura de pasta (°C); V_p: pico de viscosidade; V_m: viscosidade média; V_f: Viscosidade final; T_p: temperatura de pico. mPa s “milipascal-segundo”, s “segundo”.

Constatou-se que o amido de nêpera nativo apresentou uma redução na temperatura de pasta à medida que a amplitude de vibração para modificação por US aumentou.

A viscosidade pico apresentou um aumento mais pronunciado até o tratamento de 50%, sendo gradativamente reduzido quando alcançou a amplitude de 70%.

Uma vez que maiores viscosidades de pico foram encontradas, a quebra também foi maior. Mesmo assim, a viscosidade mínima suportada durante o cisalhamento obteve valores superiores ao do amido nativo.

Seguindo este mesmo comportamento, a tendência à retrogradação também sofreu um aumento mais pronunciado quando maior viscosidade de pico foi alcançada, reduzindo a sua intensidade a partir de maiores amplitudes de vibração, já que a viscosidade também era menor. Consequentemente, a viscosidade final seguiu esta tendência, sendo maior que o amido nativo apenas nos tratamentos a 40% e 50%. Os amidos tratados a 60% e 70% apresentaram menor valor de viscosidade final que o amido nativo.

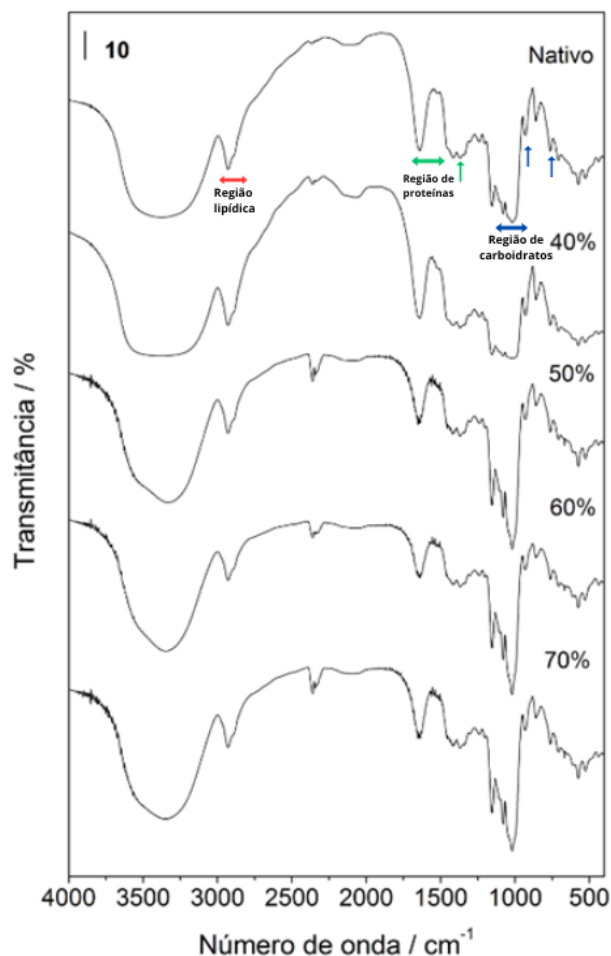
O tempo necessário para atingir a máxima viscosidade foi menor do que o amido nativo em todos os tratamentos.

Um aumento da viscosidade de pico e redução do tempo de pico, temperatura de pasta também foram encontrados para o amido de arroz tratado por US (Yang *et al.*, 2019). Os autores apontaram que o perfil de viscosidade exibido após a modificação por US depende do amido utilizado.

6.9 ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)

A espectroscopia de infravermelho é um método de caracterização óptica a partir do registro de bandas de absorção na região do infravermelho médio (4000–400 cm^{-1}), permitindo a identificação de grupos funcionais ou ligações químicas, a partir de sua vibração em frequências específicas (Rincón-Aguirre *et al.*, 2018). Com isso, é possível investigar a composição química das amostras. Portanto, o amido de nêpera foi submetido a esta análise. Os seus espectros são mostrados na Figura 17.

Figura 17 - Espectros de transmitância para amido de nêspera nativo e modificado por US



Fonte: O autor (2023).

Os espectros obtidos podem ser separados em três áreas para melhor análise: a primeira, referente à região lipídica; a segunda, à região proteica; e a terceira, correspondente aos carboidratos (amido) (Roa *et al.*, 2014), conforme sinalizado no espectro de amido nativo.

Bandas longas próximas de $3400\text{--}3200\text{ cm}^{-1}$ indicam a presença de deformação axial de O–H, detectadas em todas as amostras avaliadas. Às vezes, essa banda pode apresentar um formato triangular devido à sobreposição de vibrações assimétricas de NH (Cremer; Kalentunç, 2003; Elizondo *et al.*, 2009).

A absorção entre $2700\text{--}3300\text{ cm}^{-1}$, correspondente à deformação axial ou alongamento assimétrico de H – C – H, está relacionada à presença de lipídios, conforme discutido por Tapia-Blácido, Sobral e Menegalli (2010) e Roa *et al.* (2014).

As bandas em números de onda próximos a 1700 e 1450 cm^{-1} estão

associadas à presença de proteínas, relacionadas às vibrações da amida I (devido à vibração do estiramento do peptídeo) e amida II (ligações N – H e trechos de C – N), respectivamente.

A presença das bandas amida I ocorre devido às vibrações de alongamento C = O do grupo peptídico e depende da estrutura conformacional da proteína (Cremer; Kalentunç, 2003; Roa *et al.*, 2014). Esta banda, relacionada à estrutura irregular da proteína (1650–1640 cm^{-1}), também foi observada por Tapia-Blácido, Sobral e Menegalli (2010). As bandas de amida II refletem a deformação angular das vibrações de alongamento N – H e C – N, e foram observadas no espectro de proteínas isoladas do amaranto (Tapia-Blácido; Sobral; Menegalli, 2010).

Trechos de C – O; C – C e C – O – H são confirmados em bandas em 1100 cm^{-1} (Warren; Gidley; Flanagan, 2016). As bandas entre 1000 e 1100 cm^{-1} correspondem às vibrações glicosídicas C – O – C, bem como às vibrações do anel, justapostas às vibrações de estiramento dos grupos laterais (C – OH) (Kacuráková *et al.*, 2000; Liu *et al.*, 2012). A banda de 1000 cm^{-1} pode estar associada à região amorfa do amido (Zeng *et al.*, 2011; Liu *et al.*, 2012).

A estrutura molecular do amido permaneceu inalterada independentemente do método de tratamento aplicado, conforme confirmado pelos grupos funcionais inalterados nos espectros de FT-IR. Contudo, a intensidade dos picos característicos foi afetada pelos diferentes tratamentos.

Foram identificadas bandas com valores de número de onda menores (abaixo de 1000 cm^{-1}), consideradas impressões digitais da espinha dorsal da molécula, atribuídas às ligações C – O – C. Estas coincidem com o espectro infravermelho da amilose e da amilopectina, conforme relatado por outros autores (Nickless *et al.*, 2016).

7 CONCLUSÃO

Em síntese, a análise abrangente do amido nativo de nêspira e suas modificações por ultrassom revelou uma série de informações valiosas sobre suas propriedades físico-químicas e reológicas. A modificação por ultrassom provocou alterações significativas nas características do amido, evidenciadas pelas mudanças nos parâmetros colorimétricos, na termogravimetria, na gelatinização e nas propriedades reológicas. Observou-se uma diminuição na alvura do material, indicando uma possível influência na pureza do amido. Além disso, as mudanças nas temperaturas de início da degradação e gelatinização refletiram a sensibilidade do amido de nêspira à ação do ultrassom.

A análise por espectroscopia de infravermelho corroborou a estabilidade estrutural do amido, mesmo com as modificações introduzidas pelo ultrassom. A manutenção da estrutura molecular do amido é um aspecto positivo para sua aplicação em diversos setores industriais.

As propriedades reológicas, avaliadas por meio do RVA, indicaram uma resposta complexa do amido à modificação por ultrassom, com aumento da viscosidade de pasta em determinadas condições, seguido de redução em amplitudes mais elevadas. Esses resultados fornecem dados importantes para a compreensão dos efeitos do ultrassom na reologia do amido de nêspira, informação crucial para aplicações industriais que demandam características específicas de viscosidade.

Em suma, a análise abrangente desses parâmetros contribui não apenas para o entendimento das propriedades intrínsecas do amido de nêspira, mas também para o delineamento de estratégias de processamento que maximizem seu potencial em diversas aplicações industriais. Entretanto, é crucial reconhecer a complexidade desses resultados e considerar as variações nas condições experimentais ao compará-los com outros estudos.

O amido é uma excelente fonte de material biodegradável, proveniente de fonte vegetal, que é ecologicamente correto e econômico, portanto, é potencialmente utilizado como alternativa ao plástico em embalagens de alimentos. Nesta perspectiva, vários esforços têm sido feitos para preparar filmes antioxidantes biodegradáveis utilizando amido de sementes de nêspira.

REFERÊNCIAS

- AGGARWAL, P.; DOLLIMORE, D. A thermal analysis investigation of partially hydrolyzed starch. **Termochimica Acta**, v. 319, n. 1, p. 17-25, 1998.
- AI, Y.; JANE, J. L. Gelatinization and rheological properties of starch. **Starch/Stärke**, v. 67, p. 213-224, 2015.
- ALMEIDA, R. L. J., SANTOS, N. C., FEITOZA, J. V. F., SILVA, G. M. D., MUNIZ, C. E. D. S., EDUARDO, R. D. S., RIBEIRO, V. H. D. A., SILVA, V. M. D. A., MOTA, M. M. D. A. Effect of heat-moisture treatment on the thermal, structural and morphological properties of Quinoa starch. **Carbohydrate Polymer Technologies and Applications**, v.3, p. 100192, 2022.
- AMINI, M.; RAZAVI, S. M.A.; MORTZAVI, S. A. Morphological, physicochemical, and viscoelastic properties of sonicated corn starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 122, p. 282-292, 2015.
- ANDRADE, I. H. P.; OTONI, C. G.; AMORIM, T. S.; CAMILLOTO, G. P.; CRUZ, R. S. Ultrasound-assisted extraction of starch nanoparticles from breadfruit (*Artocarpus altilis* (Parkinson) Fosberg). **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering aspects**, v. 586, n. 5, p. 124277, 2020.
- ANVISA. Regulamento Técnico para Produtos de Cereais, Amidos, Farinhas e Farelos. **Agência Nacional de Vigilância Sanitária**. Brasília: ANVISA-RDC nº 263, 2005.
- ASHOGBON, A. O. Dual modification of various starches: Synthesis, properties and applications. **Food Chemistry**, v. 342, p. 128-325, 2021.
- ASHOGBON, A. O.; AKINTAYO, E. T. Recent trend in the physical and chemical modification of starches from different botanical sources: A review. **Starch - Stärke**, v. 66, n. 1-2, p. 41-57, 2014.
- BARBI, R. C. T.; TEIXEIRA, G. L.; HORNUNG, P. S.; ÁVILA, S.; HOFFMANN-RIBANI, R. Eriobotrya japonica seed as a new source of starch: assessment of phenolic compounds, antioxidant activity, thermal, rheological, and morphological properties. **Food Hydrocolloids**, v. 77, p. 646-658, 2018.
- BEMILLER, J. N. Physical Modification of Starch. *In*: BEMILLER, J. N. **Starch in Food: Structure, Function and Applications**. New York: Elsevier, 2017. p. 223-253.
- BEMILLER, J. N. Starch: Modification. **Encyclopedia of Food Grains**, v. 2, p. 282-286, 2016.
- BEMILLER, J. N.; HUBER, K. C. Physical Modification of Food Starch Functionalities. **Annual Review of Food Science and Technology**, v. 6, p. 19-69, 2015.

BERNARDO, C. O.; ASCHERI, J. L. R.; CHÁVEZ, D. W. H.; CARVALHO, C. W. P. Ultrasound assisted extraction of yam (*Dioscorea bulbifera*) starch: effect on morphology and functional properties. **Starch**, v. 70, p. 1700185, 2018.

BERTOFT, E.; ANNOR, G. A.; SHEN, X. Y.; RUMPAGAPORN, P.; SEETHARAMAN, K.; HAMAKER, B. R. Small differences in amylopectin fine structure may explain large functional differences of starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 140, p. 113-121, 2016.

DELINKSI, C. D. **Extração de amido de *Amaranthus caudatus* orgânico por irradiação ultrassônica e incorporação de frutooligossacarídeos por ultrassom e liofilização**. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2021.

DELINSKI, C. B.; OLIVEIRA, C. S.; COLMAN, T. A. D.; MARINHO, M. T.; LACERDA, L. G.; RAMOS A. P.; SCHNITZLER, E. Organic amaranth starch: a study of its technological properties after heat moisture treatment. **Food Chemistry**, v. 42, p. 264-435, 2018.

BISINELLA, R. Z. B.; BENINCA, C.; BET, C. D.; OLIVEIRA, C. S.; DEMIATE, I. M.; SCHNITZLER, E. Thermal, structural and morphological characterisation of organic rice starch after physical treatment. **Journal of thermal analysis and calorimetry**, v. 1, p. 1-10, 2022.

BORBA, V. S.; SILVEIRA, C. O.; ALVES, J. B.; GRUPELLI, V. M.; BADIÁLE-FURLONG, E. Experimental design applied in the semolina pasta cooking to increase the resistant starch formation. **LWT – Food Science and Technology**, v. 138, p. 110669, 2021.

CAO, T. L.; SONG, K. B. Effects of gum karaya addition on the characteristics of loquat seed starch films containing oregano essential oil. **Food hydrocolloids**, v. 97, n. 105198, p. 105198, 2019.

CAPRON, I.; ROBERT, P.; COLONNA, P.; BROGLY, M.; PLANCHOT, V. Starch in rubbery and glassy states by FTIR spectroscopy. **Carbohydrate Polymers**, v. 68, n. 2, p. 249–259, 2007.

CHEN, J.; XU, X.; GE, Z.; ZHU, W.; XU, Z.; LI, C. Structural elucidation and antioxidant activity evaluation of key phenolic compounds isolated from longan (*Dimocarpus longan Lour.*) seeds. **Journal of Functional Foods**, v. 17, p. 872-880, 2015.

COLMAN, M. D.; RAMOS, E. S.; OLIVEIRA, C. S.; COLMAN, T. A. D.; SCHNITZLER, E. Thermoanalytical study of aceclofenac formulations with regular maize starch and waxy maize starch. **Journal of Microbiology, Biotechnology and Food Sciences**, v. 6, p. 828-831, 2016.

COLMAN, T. A. D.; DEMIATE, I. M.; SCHNITZLER, E. The effect of microwave radiation on some thermal, rheological and structural properties of cassava starch. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 115, p. 2245-2252, 2014.

COPELAND, L.; BLAZEK, J.; SALMAN, H.; TANG, C. M. Form and functionality of starch. **Food Hydrocolloids**, v. 23, p. 1527-1534, 2009.

COSTA, B. P.; CARPINE, D.; ALVES, F. E. S. B.; BARBI, R. C. T.; MELO, A. M.; IKEDA, M.; RIBANI, R. H. Thermal, structural, morphological and bioactive characterization of acid and neutral modified loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.) seed starch and its by-products. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 147, n. 12, p. 6721-6737, 2022.

CREMER, D.R.; KALETUNÇ, G. Fourier transform infrared microspectroscopic study of the chemical microstructure of corn and oat flour-based extrudates. **Carbohydrate Polymers**, v. 52, p. 53-65, 2003.

CUI, R.; ZHU, F. Effect of ultrasound on structural and physicochemical properties of sweetpotato and wheat flours. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 66, p. 105118, 2020.

DAUDT, R. M. Comparative study on properties of edible films based on pinhão (*Araucaria angustifolia*) starch and flour. **Food Hydrocolloids**, v. 60, p. 279–287, 2016.

DELFIANIAN, M.; KENARI, R. E.; SAHARI, M. A. Influence of extraction techniques on antioxidant properties and bioactive compounds of loquat fruit (*Eriobotrya japonica* Lindl.) skin and pulp extracts. **Food Science & Nutrition**, v. 3, n. 3, p. 179-187, 2015.

DELINSKI, B. C.; WAIGA, L. H.; OLIVEIRA, C. S.; LACERDA, L. G.; SCHNITZLER, E. Morphological and Thermoanalytical study of Modified Avocado Seeds Starch with Lactic Acid. **Chemistry Journal of Moldova**, v. 12, p. 13-18, 2017.

DUPUIS, J. H. et al. Physicochemical properties and in vitro digestibility of potato starch after inclusion with vanillic acid. **LWT - Food Science and Technology**, v. 85, p. 218-224, 2017.

ÉBUFA, C.; ARTAUD, J., LE DRÉAU, Y., MARTÍNEZ-FUENTES, A., BARONE, F.; AGUSTÍ, M. Walnut (*Eriobotrya japonica* L.) oil chemical composition depending on variety, locality, extraction process and storage conditions: a comprehensive review. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 104534, p. 222-232, 2022.

ELIASSON, A. C. **Structure, function and applications**. Starch in food. New York: Boca Raton, 2004.

ELIZONDO, N.J.; SOBRAL, P.A.; MENEGALLI, F.C. Development of films based on blends of *Amaranthus cruentus* flour and poly (vinyl alcohol). **Carbohydrate Polymers**, v. 75, p. 592-598, 2009.

FALADE, K. O.; OMIWALE, O. O. Effect of Pretreatments on Color, Functional and Pasting Properties of White (*Dioscorea rotundata*) and Yellow Yam (*Dioscorea cayenensis*) Varieties. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 39, p. 1542-1554, 2015.

FARIA, A. F.; HASEGAWA, P. N.; CHAGAS, E. A.; PIO, R.; PURGATTO, E.; MERCADANTE, A. Z. Cultivar influence on carotenoid composition of loquats from Brazil. **Journal of Food Composition and Analysis**, v. 22, p.196-203, 2009.

FERRERES, F.; GOMES, D.; VALENTÃO, P.; GONÇALVES, R.; PIO, R.; CHAGAS, E. A.; SEABRA, R. M.; ANDRADE, P. B. Improved loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.) cultivars: variation of phenolics and antioxidative potential. **Food Chemistry**, v.114, p.1019-1027, 2009.

FUNAMI, T.; KATAOKA, Y.; OMOTO, T.; GOTO, Y.; ASAI, I.; NISHINARI, K. Effects of non-ionic polysaccharides on the gelatinization and retrogradation behavior of wheat starch. **Food Hydrocolloids**, v. 19, p. 1-13, 2005.

GENKINA, N. K.; WIKMAN, J.; BERTOFT, E.; YURYEV, V. P. Effects of structural imperfection on gelatinization characteristics of amylopectin starches with a- and btype crystallinity. **Biomacromolecules**, v. 8, p. 2329-2335, 2007.

GUO, K.; LIN, L.; FAN, X.; ZHANG, L.; WEI, C. Comparison of structural and functional properties of starches from five fruit kernels. **Food Chemistry**, v. 255, p. 55-63, 2018.

HENNING, F. G.; ITO, V. C.; DEMIATE, I. M.; LACERDA, L. G. Non-conventional starches for biodegradable films: A review focussing on characterisation and recent applications in food packaging. **Carbohydrate Polymer Technologies and Applications**, v. 4, n. 100157, 2022.

HOOVER, R. Composition, molecular structure, and physicochemical properties of tuber and root starches: a review. **Carbohydrate Polymers**, v. 45, n. 3, p. 253–267, 2001.

HUANG, X.; WANG, H., LUO, W., XUE, S., HAYAT, F.; GAO, Z. Prediction of loquat soluble solids and titratable acid content using fruit mineral elements by artificial neural network and multiple linear regression. **Scientia Horticulturae**, v. 278, p. 109873, 2021.

IONASHIRO, M.; CAIRES, F. J.; GOMES, D. J. C. **Fundamentos da Termogravimetria e Análise Térmica Diferencial/Calorimetria Exploratória Diferencial**. São Paulo: Éspers, 2012.

ITO, V. C.; BET, C. D.; WOJEICCHOWSKI, J. P.; DEMIATE, I. M.; SPOTO, M. H. F.; Schnitzler, E.; LACERDA, L. G. Effects of gamma radiation on the thermoanalytical, structural and pasting properties of black rice (*Oryza sativa* L.) flour. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 133, p. 529-537, 2018.

JAIN, M.; AMERA, G. M.; MUTHUKUMARAN, J.; SINGH, A. K. Insights into biological role of plant defense proteins: A review. **Biocatalysis and agricultural biotechnology**, v. 40, n. 102293, p. 102293, 2022.

JING, L.; LIU, Y.; GAO, J.; XU, M.; GOU, M.; JIANG, H.; LI, W. Effect of repeated freezing-thawing on structural, physicochemical and digestible properties of normal and waxy starch gels. **International Journal of Food Science & Technology**, v. 54, p. 2668-2678, 2019.

KACURÁKOVÁ, M.; CAPEK, P.; SASINKOVÁ, V.; WELLNER, N.; EBRINGEROVÁ, A. FT-IR study of plant cell wall model compounds: pectic polysaccharides and hemicelluloses. **Carbohydrate Polymers**, v. 43, p. 195–203, 2000.

KAUR, H.; GILL, B. S. Effect of high-intensity ultrasound treatment on nutritional, rheological and structural properties of starches obtained from different cereals. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 126, p. 367-375, 2019.

KAWAI, K.; TAKATO, S.; TOMOKO, S.; KAZUHITO, K. Complex formation, thermal properties, and in-vitro digestibility of gelatinized potato starch-fatty acid mixtures. **Food Hydrocolloids**, v. 27, p. 228-234, 2012.

KOBA, K.; MATSUOKA, A.; OSADA, K.; HUANG, Y. Effect of loquat (*Eriobotrya japonica*) extracts on LDL oxidation. **Food Chemistry**, v. 104, p. 308-316, 2007.

KRISHNAKUMAR, T.; SAJEEV, M. Response surface optimization of bath type ultrasound-assisted extraction (UAE) of native starch from fresh cassava tubers. **Advances in research**, v. 12, n. 3, p. 1–13, 2017.

KUBIAKI, F. T.; FIGUEROA A. M.; OLIVEIRA C. S.; DEMIATE I. M.; SCHNITZLER, E.; Lacerda L. G. Effect of acid–alcoholic treatment on the thermal, structural and pasting characteristics of European chestnut (*Castanea sativa*, Mill) starch. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 131, p. 587-594, 2018.

KUK, R. S.; WAIGA, L. H.; OLIVEIRA, C. S.; BET, C. D.; LACERDA, L. G.; SCHNITZLER, E. Thermal, structural and pasting properties of brazilian ginger (*Zingiber officinale* Roscoe) starch. **Ukrainian Food Journal**, v. 6, p. 674-685, 2017.

LACERDA, L. G. et al. Thermal, structural and rheological properties of starch from avocado seeds (*Persea americana*, Miller) modified with standard sodium hypochlorite solutions. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 115, n. 2, p. 1893–1899, 2014.

LAZZAROTTO, S. R. S.; BET, C. D.; HORNUNG, P. S. B.; LAZZAROTTO, M.; SCHNITZLER, E. Induced effects by oxidation with potassium permanganate on the thermal, morphological, colorimetric and pasting properties of corn starch. **Ukrainian Food Journal**, v. 6, p. 197-210, 2017.

LI, J.; FAN, J.; HU, F. Ultrasound-assisted acid/enzymatic hydrolysis preparation of loquat kernel porous starch: A carrier with efficient palladium loading

capacity. **International journal of biological macromolecules**, v. 247, n. 125676, p. 125676, 2023.

LIN, L.; CAI, C.; GILBERT, R. G.; LI, E.; WANG, J.; WEI, C. Relationships between amylopectin molecular structures and functional properties of different-sized fractions of normal and high-amylose maize starches. **Food Hydrocolloids**, v. 52, p. 359-368, 2016.

LIU, P., WANG, R., KANG, X., CUI, B., YU, B. Effects of ultrasonic treatment on amylose-lipid complex formation and properties of sweet potato starch-based films. **Ultrasonics – Sonochemistry**, v. 44, p. 215-222, 2018.

LIU, Q. Starch modifications and applications: Chemistry, physical properties, and applications. **Food Carbohydrates**, v. 8, p. 357-406, 2005.

LIU, T.; MA, Y.; XUE, S.; SHI, J. Modifications of structure and physicochemical properties of maize starch by γ -irradiation treatments. **LWT - Food Science and Technology**, v. 46, p. 156-163, 2012.

LOPES, A. M. M.; SANCHES, A. G.; SOUZA, K. O.; OLIVEIRA, S.
E. **Loquat/Nispero - Eriobotrya japonica Lindl.** London: Academic Press, 2018.

MARCON, M. J. A.; KURTZ, D. J.; RAGUZZONI, J. C.; DELGADILLO, I.; MARASCHIN, M.; SOLDI, V.; REGINATTO, V.; AMANTE, E. R. Expansion Properties of Sour Cassava Starch (Polvilho Azedo): Variables Related to its Practical Application in Bakery. **Starch**, p. 716-726, 2009.

MENDES, L. M.; BORA, P. S.; RIBEIRO, A. P. Propriedades morfológicas e funcionais e outras características da pasta do amido nativo e oxidado da amêndoa do caroço de manga (*Mangifera indica* L.), variedade Tommy Atkins. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, v. 71, p. 76-84, 2012.

MIAO, M.; XIONG, S.; JIANG, B.; JIANG, H.; CUI, S. W.; ZHANG, T. Improved the slow digestion property of maize starch using partially β -amylolysis. **Food Chemistry**, v. 152, p. 128-132, 2014.

MISHRA, A. et al. Effect of different drying methods on the chemical and microstructural properties of Loquat slices. **Journal of Food Processing and Preservation**, v. 45, n. 3, 2021.

MITIĆ, Z.; STOLIĆ, A.; STOJANOVIĆ, S.; NAJMAN, S.; IGNJATOVIĆ, N.; NIKOLIĆ, G.; TRAJANOVIĆ, M. Instrumental methods and techniques for structural and physicochemical characterization of biomaterials and bone tissue: A review. **Materials Science and Engineering**, v. 79, p. 930-949, 2017.

NAWAB, F., ALAM, M.A., HAQ, A., HASNAIN. Effect of guar and xanthan gums on functional properties of mango (*Mangifera indica*) kernel starch. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 93, p. 630-635, 2016.

NAWAZ, H. Physical and Chemical Modifications in Starch Structure and Reactivity. **Chemical Properties of Starch**, 2020. https://books.google.com.br/books?hl=pt-BR&lr=&id=Snb-DwAAQBAJ&oi=fnd&pg=PA13&ots=84yKnA4d3R&sig=40k9YA2sKH1-7c5dBRs6kVfcMBY&redir_esc=y#v=onepage&q&f=false

NELSON, L. D.; COX, M. M. Princípios de Bioquímica de Lehninger. **Carboidratos e Glicobiologia – Polissacarídeos**, v. 6, n. 7, p. 243-274, 2014.

NICKLESS, E.M.; HOLROYD, S.E.; HAMILTON, G.; GORDON, K.C.; WARGENT, J.J. Analytical method development using FTIR-ATR and FT-Raman spectroscopy to assay fructose, sucrose, glucose and dihydroxyacetone, in *Leptospermum scoparium* nectar. **Vibrational Spectroscopy**, v. 84, p. 38-43, 2016.

NUNES, I. dos S.; MEDEIROS, J. A. da C.; STAMFORD, N. P.; STAMFORD, T. L. M.; STAMFORD, T. C. M. **Nanopartículas de quitosana: técnicas de obtenção e aplicações na indústria de alimentos**. Avanços em Ciência e Tecnologia de Alimentos - Volume 4. Guarujá: Editora Científica Digital, 2021. p. 345–369. Disponível em: <https://www.editoracientifica.com.br/books/livro-avancos-em-ciencia-e-tecnologia-de-alimentos-volume-4>. Acesso em: 30 jan. 2024.

OLIVEIRA, C. S.; ANDRADE, M. M. P.; COLMAN, T. A. D.; COSTA, F. J. O. G.; SCHNITZLER, E. Thermal structural and rheological behaviour of native and modified waxy corn starch with hydrochloric acid at different temperatures. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 115, p. 13-18, 2014.

OSSWALD, T. A.; MENGES, G. **Material Science of Polymers for Engineers**. New York: Carl Hanser Verlag, 1996.

PAREEK, S.; BENKEBLIA, N; JANICK, J; CAO, S; YAHIA E. M. Postharvest physiology and technology of loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.) fruit. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 94, n. 8, p. 1495-1504, 2014.

PATEL, B. K.; SEETHARAMAN, K. Effect of heating rate at different moisture contents on starch retrogradation and starch-water interactions during gelatinization. **Starch/Staerke**, v. 62, n. 10, p. 538–546, 2010.

PENG, L.; ZHONGDONG, L.; KENNEDY, J., F. The study of starch nano-unit chains in the gelatinization process. **Carbohydrate Polymers**, v. 68, p. 360-366, 2007.

PÉREZ, S.; BERTOFT, E. The molecular structures of starch components and their contribution to the architecture of starch granules: A comprehensive review. **Starch**, v. 62, p. 389–420, 2010.

PINTO, V. Z.; VANIER, N. L.; DEON, V. G.; MOOMAND, K.; EL HALAL, S. L. M.; ZAVAREZE, E. da R.; LIM, L.-T.; DIAS, A. R. G. Effects of single and dual physical modifications on pinhão starch. **Food chemistry**, v. 187, p. 98–105, 2015.

PORTAL G1. Natural em todo Brasil, nêspera é rica em vitaminas e sais minerais. **Portal G1**, 29 de junho de 2016. Disponível em: <https://g1.globo.com/sp/campinas-regiao/terra-da-gente/flora/noticia/2016/06/natural-em-todo-brasil-nespera-e-rica-em-vitaminas-e-sais-minerais.html>. Acesso em: 15 mai. 2024.

PUNIA, S. Barley starch modifications: Physical, chemical and enzymatic - A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 144, p. 578–585, 2020.

RINCÓN-AGUIRRE, A.; PÉREZ, L. A B.; MENDOZA, S.; REAL, del A.; GARCIA, M. E. R. Physicochemical Studies of Taro Starch Chemically Modified by Acetylation, Phosphorylation, and Succinylation. **Starch**, v. 70, p. 1-9, 2018.

ROA, D.F.; SANTAGAPITA, P.R.; BUERA, M.P.; TOLABA, M.P. Estratégias de moagem de amaranto e caracterização de frações por FT-IR. **Tecnologia de Bioprocessos Alimentares**, v. 7, p. 711-718, 2014.

ROCHA, T. S.; DEMIATE, I. M.; FRANCO, C. M. L. Características estruturais e físico-químicas de amidos de mandioca-salsa (*Arracacia xanthorrhiza*). **Food Science and Technology**, v. 28, n. 3, p. 620-628, 2008.

SANDHU, K. S.; SINGH, N.; KAUR, M. Characteristics of the different corn types and their grain fractions: physicochemical, thermal, morphological, and rheological properties of starches. **Journal of Food Engineering**, v. 64, n. 1, p. 119-127, 2004.

SANTOS, M. D.; SARAIVA, J. A.; GOMES, M. T. S. R. Pasting of maize and rice starch after high pressure processing: Studies based on an acoustic wave sensor. **Sensors and Actuators B: Chemical**, v. 209, p. 323-327, 2015.

SCHIRMER, M.; HÖCHSTÖTTER, M.; JEKLE, M.; ARENDT, E.; BECKER, T. Physicochemical and morphological characterization of diferente starches with variable amylose/amylopectina ratio. **Food Hydrocolloids**, v. 32, p. 52-63, 2013.

SCHMIELE, M.; SAMPAIO, U. M.; CLERICI, M. T. P. S. Basic principles: Composition and properties of starch. In: CLERICI, M. T. P. S.; SCHMIELE, M. **Starches for food application: Chemical, technological and health properties**. United States: Elsevier/Academic Press, 2019. cap. 1, p. 1-22.

SHABAANI, M.; RAHAIEE, S.; ZARE, M.; JAFARI, S. M. Green synthesis of ZnO nanoparticles using loquat seed extract; Biological functions and photocatalytic degradation properties. **Lebensmittel-Wissenschaft und Technologie [Food science and technology]**, v. 134, n. 110133, p. 110133, 2020.

SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X.; KIEMLE, D. J. **Identificação Espectrométrica de compostos orgânicos**. Rio de Janeiro: LTC ed., 2007.

SINGH, N.; SINGH, J.; KAUR, L.; SODHI, N. S.; GILL, B. S. Morphological, thermal and rheological properties of starches from different botanical sources. **Food Chemistry**, v. 81, n. 2, p. 219-231, 2003.

SIT, N.; MISRA, S.; DEKA, S. C. Yield and functional properties of taro starch as affected by ultrasound. **Food Bioprocess and Biotechnology**, v. 7, p. 1950-1958, 2014.

SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; NIEMAN, T. A. **Princípios de análise instrumental**. 5 ed. São Paulo: Bookman, 2002.

SOWIŃSKA-BARANOWSKA, A.; MACIEJEWSKA, M.; DUDA, P. The potential application of starch and walnut shells as biofillers for natural rubber (NR) composites. **International journal of molecular sciences**, v. 23, n. 14, p. 7968, 2022.

TAGLIAPIETRA, B. L.; FELISBERTO, M. H. F.; SANCHES, E. A.; CAMPELO, P. H.; CLERICI, M. T. P. S. Non-conventional starch sources. **Current opinion in food science**, v. 39, p. 93–102, 2021.

TAPIA-BLÁCIDO, D.R.; SOBRAL, P.J.A.; MENEGALLI, F.C. Potential of Amaranthus cruentus BRS Alegria in the production of flour, starch and protein concentrate: chemical, thermal and rheological characterization. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 90, p. 1185-1193, 2010.

TATTIYAKUL, J.; NAKSRIARPORN, T. X-ray Diffraction Pattern and Functional Properties of Discorea hispida Dennst Starch Hydrothermally Modified at Different Temperatures. **Food Bioprocess Technology**, v. 5, p. 964-971, 2012.

TAUROZZI, J. S.; HACKLEY, V. A.; WIESNER, A. R. Ultrasonic dispersion of nanoparticles for environmental, health and safety assessment – issues and recommendations. **Nanotoxicology**, v. 5, p. 1-19, 2011.

TESTER, R. F.; KARKALAS, J.; QI, X. Starch - Composition, fine structure and architecture. **Journal of Cereal Science**, v. 39, p. 151-165, 2004.

THARANATHAN, R. N. Starch-value addition by modification. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**. v. 45, p. 371-384, 2005.

THORY, R.; SANDHU, K. S. A comparison of mango kernel starch with a novel starch from litchi (*Litchi chinensis*) kernel: Physicochemical, morphological, pasting, and rheological properties. **International Journal of Food Properties**, v. 20, p. 911-921, 2017.

VAMADEVAN, V.; BERTOFT, E.; SOLDATOV, D. V.; SEETHARAMAN, K. Impact on molecular organization of amylopectin in starch granules upon annealing. **Carbohydrate Polymers**, v. 98, p. 1045-1055, 2013.

VAN HUNG, P.; CHAU, H. T.; PHI, N. T. In vitro digestibility and in vivo glucoseresponse of native and physically modified rice starches varying amylosecontents. **Food Chemistry**, v. 191, p. 74-80, 2016.

VIEIRA, L. C. Nêspera é fruta originária do sudeste da China, de sabor inconfundível. **Agro20**, 19 de maio de 2020. Disponível em: <https://agro20.com.br/nespera/>. Acesso em: 27 ago. 2022.

VITHU, P.; DASH, S. K.; RAYAGURU, K.; PANDA, M. K.; NEDUNCHEZHIAN, M. Optimization of starch isolation process for sweet potato and characterization of the prepared starch. **Journal of Food Measurement & Characterization**, v. 14, n. 3, p. 1520-1532, 2020.

WANG S. J.; WANG J.; ZHANG W.; LI, C.; YU J.; WANG, S. Molecular order and functional properties of starches from three waxy wheat varieties grown in China. **Food Chemistry**, v. 181, p. 43-50, 2015.

WANG, H.; XU, K.; MA, Y.; LIANG, Y.; ZHANG, H.; CHEN, L. Impact of ultrasonication on the aggregation structure and physicochemical characteristics of sweet potato starch. **Ultrasonics Sonochemistry**, v. 63, 104868, 2020.

WANG, H.; ZHANG, B.; CHEN, L.; LI, X. Understanding the structure and digestibility of heat-moisture treated starch. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 88, p. 1-8, 2016.

WANG, M.; BAI, X.; JIANG, Y.; LANG, S.; YU, L. Preparation and characterization of low oil absorption starch via freeze-thawing. **Carbohydrate Polymers**, v. 211, p. 266-271, 2019.

WARREN, F.J.; GIDLEY, M.J.; FLANAGAN, B.M. Infrared spectroscopy as a tool to characterise starch ordered structure—a joint FTIR-ATR, NMR, XRD and DSC study. **Carbohydrate Polymers**, v. 139, p. 35-42, 2016.

YUAN, R.C.; THOMPSON, D.B.; BOYER, C.D. Fine structure of amylopectin in relation to gelatinization and retrogradation behavior of maize starches from three wx-containing genotypes in two inbred lines. **Cereal Chemistry**, v. 70, n. 1, p. 81-89, 1993.

ZAVAREZE, E.R.; DIAS, A.R.G. Impact of heat-moisture treatment and annealing in starches: A review. **Carbohydrate Polymers**, v. 83, p. 317-328, 2011.

ZHANG, Z.; NIU, Y.; ECKHOFF, S. R.; FENG, H. Sonication enhanced cornstarch separation. **Starch**, v. 57, n. 6, p. 240–245, 2005.

ZHU, X. *et al.* Valorizing Canadian Oat Cultivars to Obtain Non-Conventional Starch: Pasting, Physicochemical, and Morphological Properties. **Starch**, v. 75, n. 1-2, 2022.

ZHU, X.; DU, X.; CHEN, X.; HU, J.; ZHOU, X.; GUO, L. Determining the effects of annealing time on the glass transition temperature of *Pueraria lobata* (Willd.) Ohwi starch. **Internacional Journal Food Science Technology**, v. 53, p. 43-49, 2018.

ZOU, W.; YU, L.; LIU, X.; CHEN, L. ZHANG, X.; QIAO, D.; ZHANG, R. Effects of amylose/amylopectin ratio on starch-based superabsorbent polymers. **Carbohydrate Polymers**, v. 87, p. 1583-1588, 2012.

ZHU, F.; LIU, P. Starch gelatinization, retrogradation, and enzyme susceptibility of retrograded starch: Effect of amylopectin internal molecular structure. **Food Chemistry**, v. 316, p. 2-9, 2020.