

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
Pró-Reitoria de Pesquisa e de Pós-Graduação
Programa de Pós-Graduação *Stricto sensu*
Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos

SIMONE CRISTINE WOSNIACKI BICUDO

**CARACTERIZAÇÃO DE AMIDOS NATIVOS DE DIFERENTES FONTES
BOTÂNICAS ATRAVÉS DE TÉCNICAS TERMOANALÍTICAS E TEOR DE
AMILOSE**

Ponta Grossa
2008

SIMONE CRISTINE WOSNIACKI BICUDO

**CARACTERIZAÇÃO DE AMIDOS NATIVOS DE DIFERENTES FONTES
BOTÂNICAS ATRAVÉS DE TÉCNICAS TERMOANALÍTICAS E TEOR DE
AMILOSE**

Dissertação apresentada como um dos
requisitos para a obtenção de título de Mestre
em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Orientador: Dr. Egon Schnitzler

Ponta Grossa
2008

Ficha Catalográfica Elaborada pelo Setor de Processos Técnicos BICEN/UEPG

B583c Bicudo, Simone Cristine Wosniacki
 Caracterização de amidos nativos de diferentes fontes
 botânicas através de técnicas termoanalíticas e teor de amilose/
 Simone Cristine Wosniacki Bicudo. Ponta Grossa, 2008.
 115f.
 Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de
 Alimentos), Universidade Estadual de Ponta Grossa.
 Orientador : Prof. Dr. Egon Schnitzler

1. Amidos nativos. 2. Gelatinização. 3. Comportamento
término. 4. Amilose. I. Schnitzler, Egon. II.T

CDD: 664.2

SIMONE CRISTINE WOSNIACKI BICUDO

**CARACTERIZAÇÃO DE AMIDOS NATIVOS DE DIFERENTES FONTES
BOTÂNICAS ATRAVÉS DE TÉCNICAS TERMOANALÍTICAS E TEOR DE
AMILOSE**

Dissertação apresentada como um dos requisitos para obtenção do título de Mestre em
Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Ponta Grossa, 29 de fevereiro de 2008.

Prof. Dr. Egon Schnitzler
UEPG/PR

Prof. Dr. Ivo Mottin Demiate
UEPG/PR

Prof. Dr. Marco Aurélio da Silva Carvalho Filho
UNICENP/PR

Ponta Grossa
2008

Este trabalho é especialmente dedicado à
minha filha, Cecília, e ao meu esposo,
Antonio Carlos, os grandes amores de
minha vida.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por estar sempre me acompanhando, todos os dias, e especialmente, pelos dons da inteligência e da perseverança que tornaram possível a conclusão deste trabalho.

Aos meus pais e mestres, Estefano e Marisa, que me deram a vida e o estímulo para estudar sempre e cada vez mais.

Ao meu querido esposo Antonio Carlos, por estar sempre junto me apoiando, estimulando e ajudando em todas as etapas deste trabalho.

Aos meus irmãos, Carlos, Mauro e Fúlvio, que me estimulam e apóiam em meus estudos.

À minha filhinha Cecília, que muitas vezes ficou brincando sozinha para eu poder escrever ou estudar.

Às minhas colegas de Mestrado que sempre ajudaram em alguma etapa, como a Isabel que conseguiu a banana verde, a Christiane Schamme, que me ajudou a descascar o pinhão; a Kika, que deu carona até Curitiba e ensinou fazer alguns gráficos, a Marina que ajudou em algumas idéias que muito colaboraram para o trabalho,

À Christiane Slivinski, Hanna, Débora e Ana Meri, companheiras nos trabalhos da disciplina de Bioquímica.

Pelo carinho demonstrado por todas as colegas da turma, não esquecendo a Leila, a Mari, a Danni, a Lúcia e a Rosa.

Aos alunos de Engenharia de Alimentos da UEPG, que conviveram juntos nos laboratórios e acabaram ajudando de alguma forma, como o 'Preto', que extraiu o amido de feijão.

Às funcionárias dos laboratórios de química, Denise, Danniani e Rita, que sempre estavam disponíveis e com muita paciência para atender algum pedido.

Ao pessoal da UNICENP, especialmente ao Tiago, ao Luiz Gustavo e o professor Marco Aurélio que concedeu o laboratório para as análises térmicas.

À professora Neiva, que sempre estimulou e orientou de alguma forma em algumas etapas do trabalho.

Pelo apoio do professor Gilvan, que conseguiu as maçãs, além de todo apoio durante o Mestrado.

Ao professor Ivo, grande mentor do trabalho e orientador em diversas etapas, sempre socorrendo quando surgiam dúvidas e corrigindo quando necessário.

Ao professor Gilbert, por toda a atenção e às boas idéias e correções realizadas.

Ao professor e orientador Egon, sem o qual o trabalho não poderia ser realizado, pois sempre ajudou na interpretação das análises realizadas e dúvida nos trabalhos escritos.

A todos os professores do Mestrado em Tecnologia de Alimentos que, direta ou indiretamente, ajudaram a realizar este Mestrado.

A UEPG que proporcionou a possibilidade de participar deste Mestrado.

A CAPES, sem a qual ficaria muito mais difícil realizar o Mestrado, pois o apoio financeiro nos assegura maior segurança e despreocupação.

A todos os que ajudaram de alguma forma e que não foram citados.

Que Deus retribua com bênçãos o que eu não pude fazer para agradecer com gestos concretos!

Obrigada!

RESUMO

O amido é um carboidrato muito importante para o processamento dos alimentos. Está presente em diferentes fontes e apresenta características térmicas também variadas. O intervalo de temperatura de maior importância para a indústria é a de gelatinização, investigada neste trabalho através da técnica de análise térmica, Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), em diversos amidos nativos. Como muitos fatores influenciam o processamento dos alimentos, outras análises foram feitas para auxiliar na obtenção de informações para caracterizar diferentes amidos nativos, como Termogravimetria (TG) Termogravimetria Derivada (DTG) e Análise Térmica Diferencial (DTA), para investigar a degradação térmica dos grânulos de amido e os teores de amilose. O amido nativo que apresentou as menores temperaturas de gelatinização foi o de pinhão, com temperatura de pico de 50,8°C enquanto que, os menores teores de amilose apresentados, dentre os amidos nativos não cerosos, foi o de banana, com amilose aparente de 8,1% e amilose total de 9,0%.

Palavras-chave: Amidos nativos, gelatinização, comportamento térmico, amilose.

ABSTRACT

Starch is a very important polysaccharide for food processing. It is extracted from different sources and presents very important particular thermal characteristics. The most important temperature for food industry applications is the gelatinization, investigated in this work by techniques of thermal analysis, Differential Scanning Calorimetry (DSC), in various native starches. The thermal behaviour of starch granules was investigated by Thermogravimetry (TG), Differential Thermogravimetry (DTG) and Differential Thermal Analysis (DTA). Also the amylose content was measured for characterization of the native starches. The native starch that presented the lowest gelatinization temperature was the pinhão seed, with peak temperature of 50.8°C, whereas the lowest amylose content, among non waxy starches, was of banana, with apparent amylose content of 8.1% and total amylose of 9.0%.

Keywords: native starches, gelatinization, thermal behaviour, amylose.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1	Representação parcial da estrutura da amilose e da amilopectina.	24
Figura 2	Diagrama de Bloco de um sistema térmico diferencial moderno.	49
Figura 3	Curva de calibração da amilose.	58
Figura 4	Curvas TG e DTA de amido nativo de banana.	59
Figura 5	Curvas DSC de amido nativo de banana.	59
Figura 6	Curvas TG e DTA de amidos nativos de maçã.	62
Figura 7	Curvas DSC de amido nativo de maçã.	63
Figura 8	Curvas TG e DTA de amido nativo de batata.	65
Figura 9	Curvas DSC de amido nativo de batata.	66
Figura 10	Curvas TG e DTA de amido nativo de batata doce.	68
Figura 11	Curvas DSC de amido nativo de batata doce.	69
Figura 12	Curvas TG e DTA de amido nativo de mandioca.	71
Figura 13	Curvas DSC de amido nativo de mandioca.	72
Figura 14	Curvas TG/DTG/DTA de amido nativo de mandioquinha salsa.	74
Figura 15	Curvas DSC de amido nativo de mandioquinha salsa.	75
Figura 16	Curvas TG e DTA de amido nativo de milho regular.	77
Figura 17	Curvas DSC de amido nativo de milho regular.	78
Figura 18	Curvas TG e DTA de amido nativo de milho ceroso.	80
Figura 19	Curvas DSC de amido nativo de milho ceroso.	81
Figura 20	Curvas TG e DTA de amido nativo de trigo.	83
Figura 21	Curvas DSC de amido nativo de trigo.	84
Figura 22	Curvas TG e DTA de amido nativo de castanha européia.	87
Figura 23	Curvas DSC de amido nativo de castanha européia.	88

Figura 24	Curvas TG e DTA de amido nativo de pinhão.	89
Figura 25	Curvas DSC de amido nativo de pinhão.	90
Figura 26	Curvas TG e DTA de amido nativo de ervilha.	92
Figura 27	Curvas DSC de amido nativo de ervilha.	93
Figura 28	Curvas TG e DTA de amido nativo de feijão.	95
Figura 29	Curvas DSC de amido nativo de feijão.	96
Figura 30	Curvas TG e DTA de amido nativo de lentilha.	98
Figura 31	Curvas DSC de amido nativo de lentilha.	99

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Dados DSC obtidos das referências dos amidos nativos de frutos.	31
Tabela 2	Dados DSC obtidos das referências dos amidos nativos de tuberosas.	36
Tabela 3	Dados DSC obtidos das referências dos amidos nativos de cereais.	40
Tabela 4	Dados DSC obtidos das referências dos amidos nativos de sementes de árvores.	43
Tabela 5	Dados DSC obtidos das referências dos amidos nativos de leguminosas.	45
Tabela 6	Dados obtidos das curvas TG e DTA de amidos nativos de frutos.	64
Tabela 7	Temperaturas de gelatinização obtidas das curvas DSC de amidos nativos de frutos.	64
Tabela 8	Teores de amilose aparente, amilose total, amilopectina e amilose complexada com lipídios de amidos nativos de frutos.	64
Tabela 9	Dados obtidos das curvas TG e DTA de amidos nativos de tuberosas.	76
Tabela 10	Temperaturas de gelatinização obtidas das curvas DSC de amidos nativos de tuberosas.	76
Tabela 11	Teores de amilose aparente, amilose total, amilopectina e amilose complexada com lipídios de amidos nativos de	76

tuberosas.

Tabela 12	Dados obtidos das curvas TG e DTA de amidos nativos de cereais.	85
Tabela 13	Temperaturas de gelatinização obtidas das curvas DSC de amidos nativos de cereais.	86
Tabela 14	Teores de amilose aparente, amilose total, amilopectina e amilose complexada com lipídios de amidos nativos de cereais.	86
Tabela 15	Dados obtidos das curvas TG e DTA de amidos nativos de sementes de árvores.	91
Tabela 16	Temperaturas de gelatinização obtidas das curvas DSC de amidos nativos de sementes de árvores.	91
Tabela 17	Teores de amilose aparente, amilose total, amilopectina e amilose complexada com lipídios de amidos nativos de sementes de árvores.	91
Tabela 18	Dados obtidos das curvas TG e DTA de amidos nativos de leguminosas.	100
Tabela 19	Temperaturas de gelatinização obtidas das curvas DSC de amidos nativos de leguminosas.	100
Tabela 20	Teores de amilose aparente, amilose total, amilopectina e amilose complexada com lipídios de amidos nativos de leguminosas.	100
Tabela 21	Dados obtidos das curvas TG e DTA de amidos nativos.	102
Tabela 22	Temperaturas de gelatinização obtidas das curvas DSC de amidos nativos.	103

Tabela 23 Teores de amilose aparente, amilose total, amilopectina e 104
amilose complexada com lipídios de amidos nativos.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

TG	Termogravimetria
DTG	Termogravimetria Derivada
DTA	Análise Térmica Diferencial
DSC	Calorimetria Exploratória Diferencial
T _o	Temperatura <i>onset</i>
T _p	Temperatura de pico
ΔH	Variação de entalpia
Δm	Variação de massa
dm	Derivada de massa
dT	Derivada de tempo
dQ	Derivada de quantidade de calor
DMSO	Dimetilsulfóxido
AM	Amilose
AP	Amilopectina
ACL	Amilose complexada com lipídios

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	19
2	OBJETIVOS	22
2.1	OBJETIVOS GERAIS	22
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	22
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	23
3.1	AMIDO	23
3.2	GELATINIZAÇÃO	26
3.3	LEGISLAÇÃO SOBRE AMIDO	27
3.4	FONTES BOTÂNICAS DE AMIDO	28
3.4.1	Frutos	29
3.4.1.1	Banana	29
3.4.1.2	Maçã	30
3.4.2	Tuberosas	31
3.4.2.1	Batata	31
3.4.2.2	Batata doce	32
3.4.2.3	Mandioca	34
3.4.2.4	Mandioquinha salsa	35
3.4.3	Cereais	37
3.4.3.1	Milho regular e ceroso	37
3.4.3.2	Trigo	38
3.4.4	Sementes de árvores	41
3.4.4.1	Castanha européia	41
3.4.4.2	Pinhão	41

3.4.5	Leguminosas	43
3.4.5.1	Ervilha	43
3.4.5.2	Feijão	44
3.4.5.3	Lentilha	44
3.5	TÉCNICAS ANALÍTICAS	46
3.5.1	TÉCNICAS TERMOANALÍTICAS	46
3.5.5.1	Termogravimetria (TG)	46
3.5.5.2	Termogravimetria Derivada (DTG)	47
3.5.5.2	Análise Térmica Diferencial (DTA)	48
3.5.5.3	Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)	49
3.5.3	Determinação de amilose aparente e total	52
4	MATERIAIS E MÉTODOS	53
4.1	MATERIAL	53
4.2	MÉTODOS	54
4.2.1	Extração dos amidos	54
4.2.2	Termogravimetria, Termogravimetria Derivada, Análise Térmica Diferencial (TG-DTG-DTA)	55
4.2.3	Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)	56
4.2.4	Determinação de amilose aparente e total	56
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO	59
5.1	FRUTOS	59
5.1.1	Amido de Banana	59
5.1.1.1	TG e DTA	59
5.1.1.2	DSC	60
5.1.1.3	Determinação de amilose aparente e total	61

5.1.2	Amido de Maçã	62
5.1.2.1	TG/DTG e DTA	62
5.1.2.2	DSC	63
5.1.2.3	Determinação de amilose aparente e total	64
5.2	TUBEROSAS	65
5.2.1	Amido de Batata	65
5.2.1.1	TG e DTA	65
5.2.1.2	DSC	66
5.2.1.3	Determinação de amilose aparente e total	67
5.2.2	Amido de batata doce	68
5.2.2.1	TG e DTA	68
5.2.2.2	DSC	69
5.2.2.3	Determinação de amilose aparente e total	70
5.2.3	Amido de mandioca	71
5.2.3.1	TG e DTA	71
5.2.3.2	DSC	72
5.2.3.3	Determinação de amilose aparente e total	73
5.2.4	Amido de mandioquinha salsa	74
5.2.4.1	TG e DTA	74
5.2.4.2	DSC	75
5.2.4.3	Determinação de amilose aparente e total	75
5.3	CEREAIS	77
5.3.1	Amido de milho regular	77
5.3.1.1	TG e DTA	77
5.3.1.2	DSC	78

5.3.1.3	Determinação de amilose aparente e total	79
5.3.2	Amido de milho ceroso	80
5.3.2.1	TG e DTA	80
5.3.2.2	DSC	81
5.3.2.3	Determinação de amilose aparente e total	82
5.3.3	Amido de trigo	83
5.3.3.1	TG e DTA	83
5.3.3.2	DSC	84
5.3.3.3	Determinação de amilose aparente e total	85
5.4	SEMENTES DE ÁRVORES	87
5.4.1	Amido de castanha européia	87
5.4.1.1	TG e DTA	87
5.4.1.2	DSC	88
5.4.1.3	Determinação de amilose aparente e total	88
5.4.2	Amido de pinhão	89
5.4.2.1	TG e DTA	89
5.4.2.2	DSC	90
5.4.2.3	Determinação de amilose aparente e total	91
5.5	LEGUMINOSAS	92
5.5.1	Amido de ervilha	92
5.5.1.1	TG e DTA	92
5.5.1.2	DSC	93
5.5.1.3	Determinação de amilose aparente e total	94
5.5.2	Amido de feijão	95
5.5.2.1	TG e DTA	95

5.5.2.2	DSC	96
5.5.2.3	Determinação de amilose aparente e total	97
5.5.3	Amido de lentilha	98
5.5.3.1	TG e DTA	98
5.5.3.2	DSC	99
5.5.3.3	Determinação de amilose aparente e total	100
6	CONCLUSÕES	105
7	REFERÊNCIAS	108

1. INTRODUÇÃO

O amido vem sendo extensivamente estudado e discutido na literatura nos últimos dois séculos, entretanto, sua história de utilização pelo homem data de milênios. Os egípcios (4000 a.C) e, mais tarde os romanos, usaram estas substâncias como um agente viscoso, enquanto os gregos também o usavam em preparações médicas. A popularidade do amido cresceu na Europa por volta do século XIV, devido ao seu uso como engomador de tecidos e subseqüentemente, para fins cosméticos (KAUR *et al.*, 2006).

O amido contribui grandemente para as propriedades de textura de muitos alimentos e tem várias aplicações industriais como espessante, estabilizante coloidal, geleificante, agente de volume, retentor de água e agente de viscosidade.

Nas indústrias agroalimentares, os amidos e derivados são utilizados como ingredientes, componentes básicos dos produtos ou aditivos empregados em baixas quantidades para melhorar a fabricação, apresentação ou conservação. Os produtos de hidrólise (xaropes de glicose ou de maltose, maltodextrinas) são utilizados nas indústrias de balas, doces, chocolate, bolos, confeitos, assim como nas indústrias de geléias e de sobremesas, por seus poderes anti-cristalizante, adoçante ou de higroscopicidade (faculdade de reter água). A cozinha moderna privilegia cada vez mais os produtos prontos, congelados, embalados em porções individuais, sendo o amido adequado para a produção destes tipos de alimentos.

O uso de amidos modificados quimicamente foi generalizado nos anos oitenta para atender exigências extremas dos processos industriais de produção, entretanto, em vários países, estes amidos são considerados aditivos alimentares e devem ser declarados nos rótulos, ao contrário dos amidos nativos, para os quais não há limites de uso e que permitem identificar os alimentos como naturais (CEREDA, 2001).

Cada amido possui características próprias e, tendo isso reconhecido, a pesquisa e desenvolvimento de novos produtos têm caminhos abertos. A composição do amido influencia diretamente suas propriedades funcionais. Devido às diferenças estruturais dos diversos tipos de amidos, não se pode generalizar nada sobre propriedades e comportamento dos amidos de diferentes fontes botânicas (VIEIRA, 2004).

Os setores de amido e alimentar estão procurando amidos nativos com propriedades específicas, principalmente para resistir a tratamentos industriais estressantes que deterioram a estrutura do gel de amido: temperaturas altas ou baixas, condições de acidez elevada e de fortes tensões mecânicas. Por outro lado, na América do Sul, as numerosas fontes de raízes, tubérculos, sementes e frutos existentes são sub-utilizadas. Esses amidos, pouco estudados até agora, são susceptíveis de apresentarem características físico-químicas diferentes dos amidos comuns de utilização industrial (CEREDA, 2001).

Os métodos térmicos são muito importantes na caracterização de produtos nutricionais, acrescentando dados analíticos importantes ao processamento industrial e sobre o tempo de vida útil do produto. A contribuição básica destes métodos resulta em modelos matemáticos para determinação de propagação de calor no produto, e na cinética de reações de degradação (Maillard, oxidação lipídica, enzimática, desnaturação protéica, etc) (SILVA *et al.*, 1999).

Desta forma, amidos nativos provenientes de diferentes vegetais foram estudados neste trabalho, considerando-se os teores de amilose e o comportamento frente à análise térmica. Analisaram-se quatorze diferentes amidos nativos, sendo estes grânulos de amido de banana, batata, batata-doce, castanha européia, ervilha, feijão, lentilha, maçã, mandioca, mandioquinha-salsa, milho (regular e ceroso), pinhão e trigo.

Os diferentes amidos foram primeiramente obtidos, ou através de extração, ou por aquisição no comércio local. Então foram submetidos a análises quanto aos teores de amilose

aparente e total e às técnicas termoanalíticas: Termogravimetria (TG), Termogravimetria Derivada (DTG) e Análise Térmica Diferencial (DTA), como também a Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).

2. OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo deste trabalho foi caracterizar amidos nativos de diferentes fontes botânicas, através de técnicas termoanalíticas e teor de amilose, para obtenção de informações que valorizem seus usos pela indústria de alimentos.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- a) Verificar a higroscopicidade intrínseca dos amidos nativos estudados.
- b) Determinar as estabilidades térmicas dos grânulos de amidos nativos em estudo.
- c) Verificar as decomposições térmicas dos amidos nativos.
- d) Obter dados de temperaturas de gelatinização (temperatura *onset*, temperatura de pico e ΔH), determinando as maiores e menores temperaturas.
- e) Determinar quantitativamente os teores de amilose aparente e total dos amidos nativos, bem como o teor de amilose complexada com lipídios.
- f) Relacionar os teores de amilose com as análises térmicas.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Amido

Carboidratos, um dos grupos mais comuns de produtos naturais, são materiais construtores para plantas (celulose, hemicelulose, pectinas) e tecidos animais. Eles são fonte energética e material de reserva da flora (amido, inulina) e fauna (glicogênio) (TOMASIK, 2004).

Nos vegetais, o principal carboidrato de reserva é o amido, que se apresenta na forma de grânulos birrefringentes de diferentes formatos e tamanhos, diferenciando-se nos diversos vegetais (BOBBIO; BOBBIO, 1995).

O amido está presente em muitas regiões dos vegetais, principalmente raiz, caule, fruto e semente e representa um importante componente de um grande número de produtos agrícolas como cereais (milho, trigo, arroz), onde o conteúdo de polissacarídeo vai de 30 a 80%; legumes (feijão, ervilha) com 25 a 50%; tuberosas (batata, mandioca) com 60 a 90%, em base seca, bem como de algumas frutas tropicais como banana que quando verdes podem conter acima de 70% em base seca (NÚÑEZ-SANTIAGO *et al.*, 2004).

O amido é composto de dois diferentes polímeros de unidades de glicose, a amilose, que é essencialmente linear, e a amilopectina, um polímero muito ramificado. Em ambos, as moléculas de glicose estão unidas através de ligações do tipo α (1-4). Na amilopectina a cadeia é ramificada através de ligações α (1-6) (RIBEIRO; SERAVALLI, 2004).

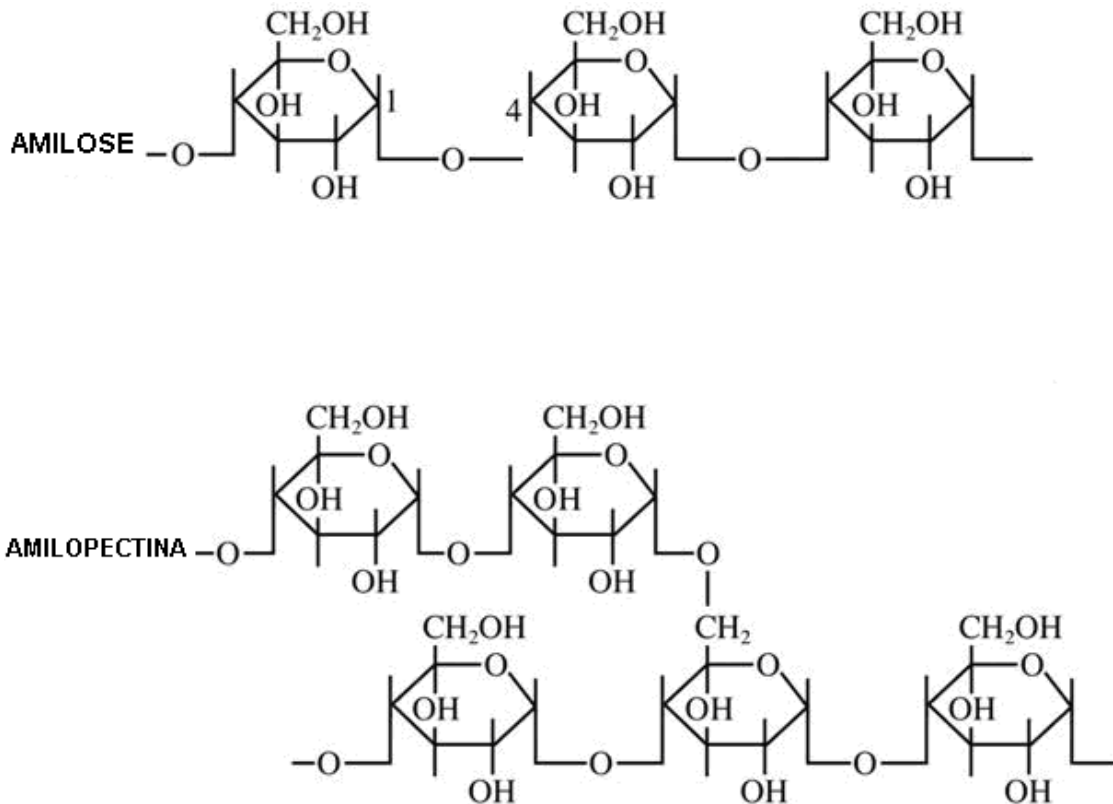


Figura 1: Representação parcial das estruturas da amilose e da amilopectina.

(Fonte: CORNELL, H., 2000)

Não se sabe com certeza o comprimento das cadeias de amilose, mas sabe-se que contêm milhares de unidades de glicose, de tal modo que seu peso molecular varia de 500 a 6000 unidades de glicose. A amilopectina é uma molécula muito maior, que apresenta um peso molecular variando entre centenas de milhares a milhões de unidades de glicose por molécula (JANE, 2003). Cerca de 4-5% das unidades de glicose estão envolvidas em ligações α (1-6) (COULTATE, 1998).

O teor de amilose e amilopectina varia de uma fonte para outra e com o grau de maturação das plantas sendo que, as diferentes proporções destes polímeros influem na viscosidade e geleificação do amido (BOBBIO; BOBBIO, 1995).

A organização do amido ocorre em partículas discretas ou grânulos onde a morfologia, composição química e o arranjo relativo das macromoléculas no estado sólido são características da fonte botânica (NÚÑEZ-SANTIAGO *et al.*, 2004).

No grânulo, quando a mistura de moléculas lineares (amilose) e ramificadas (amilopectina) está associada em paralelo, existem associações entre as cadeias lineares e as ramificadas, mantidas unidas por pontes de hidrogênio, resultando em regiões cristalinas ou micelas (RIBEIRO; SERAVALLI, 2004).

Sabe-se que a interação de cadeias lineares de amilose com o iodo gera um complexo de inclusão, no qual as moléculas de iodo ocupam a cavidade central da hélice do polissacarídeo, com a formação de cor com absorção máxima a comprimentos de onda entre 620 e 680nm. No caso da amilopectina, a interação com o iodo resulta em absorção máxima na região entre 530 e 555nm. O amido granular é dissolvido sem haver grande inchamento dos grânulos no solvente dimetilsulfóxido (DMSO), sendo que a susceptibilidade a essa solubilização varia de acordo com a fonte botânica (CEREDA, 2001).

A amilose e a amilopectina formam complexos de inclusão com moléculas como lipídios. O complexo de inclusão é característico e provavelmente muito similar entre os dois polímeros de amido, mas as estruturas supramoleculares e organizacionais diferem entre eles. Os complexos formados com amilose são facilmente detectados por Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), onde a fusão dos complexos representa um pico endotérmico. O complexo lipídio-amido é normalmente descrito como tendo seis resíduos de glicose por giro, e inclui dois ou três giros por complexo (ELLIASSON; WAHLGREN, 2000).

Quanto aos usos na indústria de alimentos, para a produção de salgadinhos, a amilose é conhecida por suas propriedades na formação de filmes e por ser mais resistente que a amilopectina. Alto teor de amilose é desejável quando o produto necessita ser crocante e resistente. A amilopectina permite melhor manutenção da forma da pasta, que resiste mais a

tratamentos suplementares tais como o corte e a secagem. A amilopectina ramificada forma uma rede na matriz da pasta. Em consequência, a amilopectina contribui para a expansão da massa e aumenta sua friabilidade (CEREDA, 2001).

3.2 Gelatinização

Sem dúvida, a principal propriedade do amido é sua capacidade de tornar-se viscoso em água com o aumento da temperatura; isto é chamado gelatinização e, por este motivo, ele é um dos carboidratos mais utilizados na indústria de alimentos, conferindo esta propriedade aos alimentos que o contêm.

Os grânulos de amido nativos são insolúveis em água fria, devido à força coletiva das pontes de hidrogênio, que mantêm unidas as cadeias, mas à medida que a temperatura se eleva até ao que se conhece como temperatura inicial de gelatinização (*onset*), eles começam a absorver água. As temperaturas iniciais de gelatinização são características de cada tipo de amido, que geralmente se encontram no intervalo de 55-70°C. À medida que absorvem água, os grânulos incham e apresentam uma perda progressiva de birrefringência. Estudos de difração de raios X mostram que a conversão total do estado amorfo não ocorre até que se atinjam temperaturas próximas a 100°C. Com o prosseguimento do inchamento, os grânulos começam a se chocar e as moléculas de amilose saem dos grânulos inchados, aumentando muito a viscosidade da suspensão. A viscosidade começa a decair à medida que os grânulos vão perdendo sua integridade (COULTATE, 1998).

Portanto, na temperatura de gelatinização, as ligações de hidrogênio são desfeitas, os grãos de amido absorvem água, formando soluções viscosas e perdem sua birrefringência.

Em geral, as temperaturas de gelatinização refletem a cristalinidade do amido. A extensão da hélice e outras formas de reorganização molecular podem influenciar as

temperaturas de gelatinização. Assim, as características de gelatinização são influenciadas pela fonte de amido, conteúdo de umidade e condições ambientais como pressão, danos mecânicos, presença de pequenas moléculas de soluto (não iônicos e eletrólitos), modificações físicas (ex. tratamento por calor e umidade) e modificações químicas (ex. substituição) como também por hidrocolóides hidrofílicos (LIU, 2005).

3.3 Legislação sobre amido

O papel da legislação é de esclarecer, orientar e evitar fraudes. Para isso a legislação deve estar atualizada em relação ao que os consumidores necessitam, sejam eles os clientes finais ou os empresários. O Brasil é um dos países líderes da América Latina na definição de padrões, que por sua vez serão as bases para estabelecimento da Legislação. O Mercosul exige também normas para comercialização dos produtos amiláceos. Além deste papel normativo, não se pode esquecer que a Legislação tem atualmente outro papel importante, que é o de estabelecer os rótulos. Na Legislação brasileira e francesa, fécula e amido são sinônimos. Na maioria dos países existe apenas uma palavra, amido, como designação geral, seguida da especificação da fonte botânica (CEREDA, 2001).

A Resolução RDC nº 263, de 22 de setembro de 2005, é a mais recente publicada no Diário Oficial da União e aprova o "REGULAMENTO TÉCNICO PARA PRODUTOS DE CEREAIS, AMIDOS, FARINHAS E FARELOS", constante do Anexo desta Resolução, que visa fixar a identidade e as características mínimas de qualidade que devem obedecer os produtos de cereais, amidos, farinhas e farelos. Neste, os amidos são definidos como os produtos amiláceos extraídos de partes comestíveis de cereais, tubérculos, raízes ou rizomas. Os amidos extraídos de tubérculos, raízes e rizomas podem ser designados de fécula.

Dentre os requisitos específicos, as farinhas, amido de cereais e farelos devem apresentar uma umidade máxima de 15,0 % (g /100 g), enquanto o amido ou fécula de batata uma umidade máxima de 21,0 % (g/100g) e o amido ou fécula de mandioca uma umidade máxima de 18,0 % (g/100g).

3.4 Fontes botânicas de amidos

Os amidos serão divididos em grupos conforme sua classificação botânica, para facilitar a compreensão e interpretação:

3.4.1 Frutos: banana, maçã.

3.4.2 Tuberosas: batata, batata doce, mandioca, mandioquinha salsa.

3.4.3 Cereais: milho regular, milho ceroso, trigo.

3.4.4 Sementes de árvores: pinhão, castanha européia.

3.4.5 Leguminosas: ervilha, feijão, lentilha.

3.4.1 Frutos

3.4.1.1 Banana (*Musa cavendish*, Linnaeus)

A banana é um fruto que apresenta importância comercial para o mundo dos negócios. Para exportação, elas precisam ser colhidas e expedidas imaturas. A banana madura contém principalmente carboidratos e fornece uma boa quantidade de energia (100 cal/100g), sendo uma fonte de vitaminas A, B₁, B₂ e C (PILAR-CANO *et al.*, 1996).

As bananas latino-americanas, exportadas para a Espanha, estudadas por Pilar-Cano *et al.* (1996) apresentaram teores de amido de 18,03 ±0.30% do peso fresco. De acordo com estudos de Teixeira *et al.*(1998) a banana apresentou teor de amilose total de 19,20% em base seca. Ling *et al.*(1982), citados por Walisewski *et al.*(2003) encontraram valor de amilose de 19,5% para amido nativo de banana Cavendish, Bello-Pérez *et al.* (1999) de 18% para banana macho e 87% para banana criollo. Eggleston *et al.* (1992), pesquisando bananas e bananas híbridas, chegaram a valores entre 9,1-12,0%.

Núñez-Santiago *et al.*(2004) analisaram amido nativo de banana, obtendo valores de $T_o=75,46^{\circ}\text{C} \pm 0,3$; $T_p=80,70^{\circ}\text{C} \pm 0,21$ e $\Delta H= 16,82 \text{ J g}^{-1} \pm 0,56$. Utilizaram as condições descritas por Paredez-López, Bello-Pérez e López (1994): pesaram 2 mg de amido e 7 μL (7mg) de água diretamente em cadinho de alumínio, deixando em equilíbrio por uma hora. A razão de aquecimento foi de 10 $^{\circ}\text{C min}^{-1}$.

3.4.1.2 Maçã (*Malus domestica*, Borkh)

O amido é o principal carboidrato em maçãs imaturas. Ele se acumula durante o crescimento da maçã sofrendo hidrólise progressiva durante o amadurecimento, formando os açúcares. Apenas algumas células mantêm algum amido.

A presença de amido em quantidade elevada é de grande importância, pois pode causar dificuldades no processamento do suco de maçã. Isto ocorre no início da estação de colheita, quando as maçãs ainda apresentam uma considerável quantidade de amido. (SINGH; INOUCI; NISHINARI, 2005).

Algumas maçãs como a Granny Smith e Jonagold são consideradas boas maçãs para cozimento e podem ser colhidas imaturas, quando o nível de amido ainda está elevado. O conteúdo e as propriedades do amido influem na viscosidade do suco de fruta e tendências semelhantes podem ser aplicadas às maçãs (STEVENSON; DOMATO; JANE, 2006)

Em cinco cultivares de maçã, denominados Criterion, Ruspippum, Red Spur, Skyline Supreme e Granny Smith, os valores de amilose aparente ficaram entre 28,0- 35,2 %. Os valores encontrados por DSC para estas variedades de maçã, determinadas utilizando-se uma suspensão de amido com 70% de água, que permaneceu em repouso por uma hora a 25°C, numa razão de aquecimento de 1°C min⁻¹ ficaram entre 54,7 e 56,2°C, para T_o , entre 57,1 e 59,1°C para T_p e entre 3,3 e 4,2 J g⁻¹, para ΔH (SINGH; INOUCI; NISHINARI, 2005).

Stevenson, Domato e Jane (2006) encontraram valores para T_o , T_p e ΔH de maçã da variedade Gala de 66,1°C, 70,9°C e 17,1 J g⁻¹, respectivamente, utilizando uma proporção 1:3 de amido e água destilada e um tempo de equilíbrio de duas horas, num cadinho de alumínio e uma razão de aquecimento de 10°C min⁻¹.

Na tabela 1 visualiza-se dados DSC bibliográficos dos amidos nativos de frutos.

TABELA 1: DADOS DSC OBTIDOS DAS REFERÊNCIAS DOS AMIDOS NATIVOS DE FRUTOS

AMIDOS NATIVOS	To (°C)	Tp (°C)	ΔH (J g ⁻¹)	CONDIÇÕES DOS EXPERIMENTOS	REFERÊNCIAS
Banana	75,46±0,3	80,70±0,21	16,82±0,56	.Susp.(2mg am.: 7mg água) .Tempo eq.=1h .Cadinho=alumínio .raz. aq.=10°Cmin ⁻¹	Núñez-Santiago (2004)
Maçã	66,1	70,9	17,1	. susp.=1:3 .Tempo eq.=2h .cadinho=alumínio .raz.aq.=10°Cmin ⁻¹	Stevenson, Domoto e Jane (2006)

3.4.2 Tuberosas

3.4.2.1 Batata (*Solanum tuberosum*, Linnaeus)

Carboidratos constituem cerca de 80% do total de sólidos encontrados nas batatas. Eles são os constituintes de maior concentração e consistem predominantemente de amido, assim como em outros tubérculos.

O amido de batata contém amilose e amilopectina, com 0,093% de fósforo. O conteúdo de amilose aumenta com a maturidade e a fertilização do solo influencia no conteúdo de amido de tubérculos. O conteúdo de amido de batata varia de acordo com a temperatura de armazenamento, doenças do vegetal e aplicação de produtos químicos. O conteúdo de amilose varia de 18,5 a 32,0% (SALUNKHE; KADAM, 1998).

Analisando amido de batata da variedade Prevalent, Fredriksson *et al.*(1997) encontraram valores de amilose aparente de 24,7% e Protserov *et al.*(2002) obtiveram teores entre 29,4-32,2% para amilose de uma única variedade de batata (*Maris piper*) com temperaturas de crescimento das raízes, entre 10 e 25°C.

Curvas TG/DTG sob atmosfera de nitrogênio para amido de batata, numa vazão de 20mL min⁻¹ e diferentes razões de aquecimento, de 5, 10, 15 e 20°C min⁻¹, apresentaram uma perda de massa entre 25 e 174°C relacionada com a eliminação de água. A segunda perda de

massa, que ocorreu entre 304-361°C, foi de 56,0% e pode ser relacionada com a despolimerização e degradação do amido em processos não-oxidativos. A terceira etapa pode ser descrita como a degradação total dos produtos intermediários a 800 °C (Agarwall e Dollimore, 1998; Guinesi *et al.*, 2006).

O comportamento térmico do amido de batata foi estudado por Karlsson e Eliasson (2003), que analisaram amidos e tecidos de batata das variedades Asterix e Bintje, em diferentes regiões do vegetal (mesocarpo, córtex e casca) obtendo valores de T_p e ΔH . Para o amido de batata Asterix retirado do mesocarpo, os valores encontrados foram de 63,3°C e 17,2 J g⁻¹, respectivamente. O experimento foi realizado com a amostra diluída em água (1:3,25), em cadinhos de alumínio e fechado, após 20 minutos em repouso. A razão de aquecimento foi de 10°C min⁻¹ e as temperaturas foram de 15 a 120°C.

3.4.2.2 Batata doce (*Ipomoea batatas*, Linnaeus)

Raízes de batata-doce são ricas em amido (15-28%); o conteúdo de amilose varia de 17 a 22%. Seu amido forma um gel estável e claro, adequado para produtos de confeitaria e padaria (SALUNKHE; KADAM, 1998).

A batata-doce é uma das mais importantes fontes de amido na Ásia e África. No Japão, cerca de um milhão de toneladas são produzidas por ano e 20-30% desse volume é usado para produção de amido. Entre as aplicações do amido de batata-doce no Japão, é muito usado para a indústria de sacarificação e o restante para recheio de alimentos como confeitos tradicionais japoneses. O amido de batata-doce tem propriedades únicas como baixo conteúdo de amilose e baixa temperatura de gelatinização (KITAHARA *et al.*, 2007).

No Brasil, segundo Cereda (2002), a principal utilização na indústria de alimentos é na fabricação de doce em pasta ou cristalizado, confeccionados basicamente com polpa de batata-doce, açúcar e geleificante.

Srichuwong *et al.* (2005) encontraram valores de amilose aparente para amido de batata doce de 19,8% e Noda *et al.*(1997), estudando amido nativo de batata doce com diferentes épocas de plantio e colheita das raízes, encontraram teores de amilose de 15,4-21,6% $\pm 0,7$.

Varietades de batata-doce brasileiras foram avaliadas em material fresco para produção industrial de amido. Os valores das temperaturas e entalpias de gelatinização determinados em DSC para os grânulos de amido variaram de 69,7 a 71,7°C para T_p e de 11,1 a 14,3 J g⁻¹ para ΔH (LEONEL *et al.*, 2004). Segundo Zhang e Oates (1999), a menor temperatura de gelatinização é típica de amidos com menor teor de amilopectina.

NODA *et al.* (1997) investigaram o efeito da combinação de dados de plantio e colheita das raízes de batata doce. Em DSC, os valores encontrados do amido nativo para T_o variaram entre 55,8-73,1°C, e as T_p ficaram entre 61,3-76,0 °C, enquanto os valores de ΔH foram entre 13,7-16,3 J g⁻¹. Realizaram o experimento pesando aproximadamente 3,0 mg de amido e água destilada para se obter uma concentração de 30%, no cadinho de alumínio, que foi imediatamente selado e colocado para análise, com uma razão de aquecimento de 10°C min⁻¹.

3.4.2.3 Mandioca (*Manihot esculenta*, Crantz)

A mandioca é a principal cultura nos trópicos e a boa saúde de milhões de pessoas depende dela. Em 1996, a FAO (*Food and Agriculture Organization*) estimou que 70 milhões

de toneladas de mandioca foram produzidas na África e que ela continua a ser o principal alimento energético para milhões de pessoas (ARYEE *et al.*, 2006).

Uma das razões para escolher este amido é o baixo custo devido a grande produção no Brasil. A América Latina é responsável por aproximadamente 21% do total da produção mundial de mandioca (MARQUES *et al.*, 2006)

As raízes de mandioca contêm 20-30% de amido. O amido está presente no parênquima da mandioca na proporção de 70-91% do seu peso seco, e na casca, 45-59%. O conteúdo de amilose do amido de mandioca apresenta valores entre 17 e 25% (SALUNKHE; KADAM, 1998). O conteúdo de amilose aparente determinado por Srichuwong *et al.* (2005) foi de 17,9%.

O conteúdo de amilose total encontrado por Whistler e BeMiller (1997) foi de 17,0%, por Peroni, Rocha e Franco (2006) de 19,8% $\pm 0,36$ e por Hoover (2001) entre 18,6- 25,6%. Estas diferenças nos conteúdos de amilose encontradas por diferentes autores devem-se aos diferentes métodos analíticos utilizados, a idade e variedades diferentes das plantas (PERONI; ROCHA; FRANCO, 2006).

As curvas de degradação (TG) realizadas por Guinesi *et al.* (2006) numa atmosfera de nitrogênio, com vazão de 20 mL min⁻¹ e razão de aquecimento de 20°C min⁻¹ demonstram a segunda perda de massa para o amido de mandioca entre 308-374°C e equivalente a 66,8%.

O comportamento térmico do amido de mandioca foi analisado por Freitas *et al.* (2004), em atmosfera de nitrogênio, com vazão de 50 mL min⁻¹ numa razão de aquecimento de 5°C min⁻¹ e apresentou $\Delta H=6,5 \text{ J g}^{-1}$, $T_0= 51,5^\circ\text{C}$ e $T_p= 63,5^\circ\text{C}$. Numa razão de aquecimento de 2,5°C min⁻¹ os resultados de ΔH e T_p foram, respectivamente, de 8,5 J g⁻¹ e 60,3°C. Realizou-se um tempo de equilíbrio amido: água de 30 minutos, anterior a realização da análise, com uma suspensão de 5 mg de amido e 10 mg de água, num cadinho de alumínio.

3.4.2.4 Mandioquinha-salsa (*Arracacia xanthorrhiza*, Bancroft)

Para fins alimentícios, são utilizadas apenas as raízes da mandioquinha-salsa, desprezando-se as porções aéreas, compostas por ramas e pelo pedúnculo. Caracteriza-se como alimento energético apresentando em média 25 g de carboidratos totais por 100 g de raízes (PIRES; VEIGA; FINARDI FILHO, 2002).

Outros fatores determinantes para seu uso em dietas especiais são as características do seu amido, que contém amilose em torno de 23%, grânulos arredondados, variando de 5 a 27 μm de diâmetro, limitada retrogradação e sinérese, fatores que concorrem para sua elevada digestibilidade (CEREDA, 2002).

O amido nativo de mandioquinha-salsa tem grande potencial para ser utilizado no processamento industrial, sendo considerado como um substituto promissor de amidos modificados (HURTADO *et al.* 1997). Vieira (2004) encontrou valores de $17,2 \pm 1,5\%$ para teor de amilose aparente.

Segundo Matsuguma (2006), nas curvas TG da mandioquinha-salsa observam-se três regiões distintas, sendo que a primeira, abaixo de 150°C , representa evaporação da água e outros voláteis. Percebe-se que as temperaturas são mais altas para amido nativo das variedades de mandioquinha-salsa ($299,08 - 311,18^\circ\text{C}$) do que para os amidos modificados ($293,29 - 296,65^\circ\text{C}$). Encontrou-se um valor para amido nativo de $T_0=297,46^\circ\text{C}$, sendo que o experimento foi conduzido em uma atmosfera de ar sintético, com uma vazão de 100 mL min^{-1} e numa razão de aquecimento de $10^\circ\text{C min}^{-1}$.

As curvas DSC foram realizadas por Santacruz *et al.* (2002), que utilizaram uma suspensão de amido com excesso de água, numa proporção de 1:3 com água destilada e uma razão de aquecimento de $10^\circ\text{C min}^{-1}$. Os valores encontrados para o amido nativo de mandioca foram de $17,6\text{ J g}^{-1}$, $53,8^\circ\text{C}$ e $60,1^\circ\text{C}$ para ΔH , T_0 e T_p , respectivamente.

Na tabela 2 estão os dados DSC bibliográficos dos amidos nativos de tuberosas.

TABELA 2: DADOS DSC OBTIDOS DAS REFERÊNCIAS DOS AMIDOS NATIVOS DE TUBEROSAS

AMIDOS NATIVO	To (°C)	Tp (°C)	ΔH (J g ⁻¹)	CONDIÇÕES DOS EXPERIMENTOS	REFERÊNCIAS
Batata	63,3	-	17,2	.susp.=1:3,25 .Tempo eq.=20min .cadinho=alumínio .raz. aq.=10°Cmin ⁻¹	Karlsson e Eliasson (2003)
Batata doce	55,8-73,1	61,3-76,0	13,7-16,4	.umidade=30% .cadinho=alumínio .raz.aq.=10°Cmin ⁻¹	Noda <i>et al.</i> (1997)
Mandioca	51,5	63,5	6,5	.susp.=1:2 .Tempo eq.=30min .cadinho=alumínio .raz.aq.=5°Cmin .atm.=Nitrogênio .fluxo=50mLmin ⁻¹	Freitas <i>et al.</i> (2004)
Mand. salsa	53,8±0,1	60,1±0,1	17,6±0,3	.susp.=1:3 .raz.aq.=10°Cmin ⁻¹	Santacruz <i>et al.</i> (2002)

3.4.3 Cereais

3.4.3.1 Milho regular e ceroso (*Zea mays*, Linnaeus)

O milho ainda é o principal substrato para a produção de amido em muitos países como Estados Unidos, Inglaterra e outros que também apresentam esta matéria-prima como material nativo dominante. Contribuições importantes chegam do Japão e também da África do Sul, China e Rússia (BERGTHALLER, 2004).

Com base na proporção de amilose e amilopectina, o milho pode ser dividido em normal, ceroso e com alto teor de amilose, sendo que, os amidos cerosos consistem de 92 a 100% de amilopectina, contribuindo para maior viscosidade de suas pastas (JANE, 2004).

Morrison e Laignelet (1983) encontraram valores de amilose aparente de amido de milho nativo de 21,4%, e o teor de amilose total foi de 27,5%, enquanto Gérard *et al.*(2001) encontraram valores de amilose total de 25,5±1,5% utilizando diferentes metodologias. Estas

diferenças devem-se às diferentes metodologias empregadas e à idade e variedade das plantas das quais foram extraídos os amidos (PERONI; ROCHA; FRANCO, 2006).

As curvas TG realizadas por Guinesi *et al* (2006), utilizando atmosfera de nitrogênio com vazão de 20 mL min⁻¹ e razão de aquecimento de 20°C min⁻¹, mostraram uma principal perda de massa entre 310-374 °C e equivalente a 67,0%.

Com relação aos amidos de milho normal e ceroso, todas as temperaturas de gelatinização analisadas por DSC aumentaram com a temperatura de secagem dos grãos e com a razão de aquecimento. As temperaturas de pico e inicial permaneceram relativamente constantes, enquanto a temperatura final diminuiu na presença de excesso de água (ALTAY; GUNASEKARAN, 2006).

Altay e Gunasekaran (2006) analisaram amido nativo de milho ceroso submetido a uma secagem de 70°C, numa umidade de 50%, sendo a água adicionada no cadinho de alumínio, num tempo de equilíbrio de 12-24 horas, com razão de aquecimento de 5°C min⁻¹. Obtiveram $T_o=67,2^{\circ}\text{C} \pm 0,1$, $T_p= 71,8^{\circ}\text{C} \pm 0,4$ e $\Delta H= 11,2 \text{ J g}^{-1} \pm 0,7$.

Liu *et al* (2006) estudaram o comportamento de gelatinização de amidos de milho, variando o conteúdo de amilose e o conteúdo de água (9-75%) numa temperatura de 50 a 190°C. A entalpia total de gelatinização aumentou com o aumento de amilopectina e conteúdo de água. Para um teor de umidade de 52,2%, a água foi adicionada diretamente no cadinho de aço inoxidável, com tempo de equilíbrio de 24 horas e T_o , T_p e ΔH foram de 68,4°C, 72,2°C e 7,54 J g⁻¹, respectivamente. Utilizou-se nitrogênio como gás de arraste e uma razão de aquecimento de 5°C min⁻¹.

3.4.3.2 Trigo (*Triticum aestivum*, Linnaeus)

As porções do grão de trigo apresentam concentrações de nutrientes distintas. O amido é encontrado somente no endosperma, que representa 90% do peso do grão. Dentro da camada de aleurona, os grânulos de amido são envoltos por uma matriz protéica. Aproximadamente 83% da matéria seca do trigo constituem-se por carboidratos, semelhante ao milho. Esta fração é constituída por pentosanas, amido, dextrinas, açúcares, celulose e hemicelulose, sendo que o amido é o carboidrato mais abundante no grão. Aproximadamente 60% do grão e 70% do endosperma são compostos por amido. As duas formas encontradas são amilose e amilopectina. No trigo, $\frac{1}{4}$ do amido é amilose enquanto os $\frac{3}{4}$ restantes são amilopectina (LIMA, 1995). Fredriksson *et al.* (1997), estudando amido de trigo nativo, encontraram valores de amilose aparente de 20,4% e de amilose total de 25,0%.

Yoo e Jane (2002) encontraram valores de amilose aparente de amido nativo de trigo de $26,6 \pm 0,6\%$ e amilose total de $33,4\% \pm 0,7$. Nas curvas DSC obtiveram $T_o = 54,9 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1$, $T_p = 58,9 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1$ e $\Delta H = 10,6 \text{ J g}^{-1} \pm 0,3$. O experimento foi realizado colocando-se 6 mg de amido em cadinho de aço inoxidável, com 18 mg de água e selado. Utilizou-se um tempo de equilíbrio de 2 horas numa razão de aquecimento de $10^\circ\text{C min}^{-1}$.

No amido de trigo analisado por Kohyama *et al.* (2004), observa-se uma variação na temperatura de gelatinização nas curvas DSC, entre $51,6^\circ\text{C}$ e $59,9^\circ\text{C}$, alterando-se a temperatura de armazenamento entre $15/10^\circ\text{C}$ e $30/25^\circ\text{C}$. Os valores de ΔH ficaram entre 9,78 e $11,46 \text{ J g}^{-1}$. Foram pesados 45 mg de água e 5,0 mg de amido em um cadinho de prata. Um cadinho contendo 45 mg de água foi usado como referência e a razão de aquecimento foi de $1,0 \text{ }^\circ\text{C min}^{-1}$.

Addo *et al.* (2001) analisaram as características térmicas da farinha de trigo e de seus componentes, encontrando valores para o amido de trigo de $56,7^\circ\text{C}$, $61,2^\circ\text{C}$ e $4,04 \text{ J g}^{-1}$, para

To, Tp e ΔH , respectivamente. O experimento foi realizado adicionando-se 10 μ L de água em 5,0 mg da amostra num cadinho de alumínio, que permaneceu em repouso por uma hora antes da análise, realizada com uma razão de aquecimento de 10°C min⁻¹.

Vermeylen *et al.*(2005) encontraram valores de amilose aparente de 37,0-37,9% e, ao realizarem experimentos DSC, encontraram uma endoterma tardia, pesando 6,0 mg de amido de trigo nativo diretamente no cadinho de alumínio e adicionando água para se obter 40% de umidade. O cadinho selado, contendo amido com água permaneceu em equilíbrio durante a noite, numa razão de aquecimento de 4°C min⁻¹. Esta endoterma tardia ocorre, possivelmente, devido a uma fusão de cristais de amido não completamente solvatados ou, mais recentemente, pela transição hélice-espiral da dupla hélice de amilopectina.

No trabalho de Yoo e Jane (2002), a curva DSC de amido de trigo ceroso não apresentou pico de fusão do complexo lipídio-amilose, entretanto, os outros amidos de trigo estudados (Canto 107, Centura e trigo Comercial) apresentaram um pico (91-106°C) correspondendo a fusão do complexo amilose-lipídio.

Yonemoto (2006), estudando grânulos de trigo de diferentes tamanhos, observou que os menores grânulos apresentam temperatura de gelatinização maior.

Na tabela 3 observa-se dados DSC bibliográficos dos amidos nativos de cereais.

TABELA 3: DADOS DSC OBTIDOS DAS REFERÊNCIAS DOS AMIDOS NATIVOS DE CEREAIS

AMIDOS NATIVOS	To (°C)	Tp (°C)	ΔH (J g ⁻¹)	CONDIÇÕES DOS EXPERIMENTOS	REFERÊNCIAS
Milho regular	68,4	72,2	7,54	.umidade=52,2% .Tempo eq.=24h .cadinho= aço inox. .raz. aq.=5°Cmin ⁻¹ .atm.=Nitrogênio	Liu <i>et al.</i> (2006)
Milho ceroso	67,2±,1	71,8±0,4	11,2	.umidade=50% .tempo eq.=12-24h .Cadinho=alumínio .raz. aq.=5°Cmin ⁻¹	Altay e Gunasekaran (2006)
Trigo	56,7	61,2	4,04	.susp.=5mg am.:10µL água .Tempo eq.=1h .cadinho=alumínio .razão aq.=10°Cmin ⁻¹	Addo <i>et al.</i> (2001)

3.4.4 Sementes de árvores

3.4.4.1 Castanha européia (*Castanea sativa*, Mill)

A semente da Castanheira Européia, encontrada no sul do Brasil, é utilizada na Europa como matéria prima em múltiplas aplicações, como em panificação, produção de marrom-glacê e purês; entretanto, é pouco utilizada no Brasil, servindo quase que exclusivamente para a alimentação de suínos (DEMIATE, 1993).

De acordo com Demiate *et al.* (2001) o teor de amilose do amido de castanha européia mostrou-se intermediário aos teores deste polissacarídeo nos amidos de milho e de mandioca, sendo 21,5% o de amilose e 78,5% o de amilopectina .

Attanasio *et al.* (2004), estudando castanhas européias frescas e dessecadas a 40°C e a 60°C separadamente, obtiveram ΔH s de 502,5 J g⁻¹; 222,2 J g⁻¹ e 175,5 J g⁻¹. O experimento foi realizado com 20 mg da amostra pesados diretamente no cadinho de alumínio, e uma razão de aquecimento de 10°C min⁻¹. Após dessecadas, as amostras foram rehidratadas em vapor, obtendo-se uma umidade de 30%.

3.4.4.2 Pinhão (*Araucaria angustifolia*, Bertolini)

O pinheiro do Paraná é uma Gimnosperma largamente distribuída no sul do Brasil, em florestas nativas que representam cerca de 5-8% da sua área total. Esta árvore apresenta grande importância comercial, sendo fonte de madeira para móveis, construção de casas e fabricação de celulose. Devido à extração irracional para fins comerciais ou desmatamento para a agricultura tradicional, a Araucária está em risco de extinção. Pesquisas sustentam que o uso de derivados da Araucária poderia estimular a preservação desta espécie. As sementes da árvore de pinha são conhecidas como pinhão e, produzidas próximo ao inverno, constituem um tradicional alimento calórico consumido principalmente cozido ou assado durante o inverno (WOSIACKI; CEREDA, 1985).

O pinhão é constituído de 34% de amido e de uma fração muito pequena de proteínas, lipídios e compostos fenólicos. Esta composição é favorável para se obter um amido estável, branco e sem odor, muito útil para a indústria de alimentos (BELLO-PEREZ *et al*, 2006).

A fração de amido de pinhão, a semente do Pinheiro do Paraná, é facilmente extraída e apresenta um nível de amilose e uma característica aniônica forte, similares ao amido de milho. Os grânulos de formato redondo são maiores que os de mandioca (WOSIACKI; CEREDA, 1985). O conteúdo de amilose representa 23,54 % \pm 1,74 em base seca, segundo Stahl *et al.* (2007), de 25,0 % \pm 0,6 para Bello-Pérez *et al.* (2006) e de 22,25% para Wosiacki e Cereda (1985).

O comportamento térmico do amido nativo de pinhão foi avaliado através de DSC por Bello-Pérez *et al* (2006) que encontraram valores de T_p de 63,4°C e ΔH de 8,0 J g⁻¹, utilizando condições descritas por Paredez-López, Bello-Pérez e López (1994): pesaram 2 mg de amido e 7 μ L (7mg) de água diretamente em cadinho de alumínio, deixando em equilíbrio

por uma hora. A razão de aquecimento foi de $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$. Demonstraram que o amido nativo de pinhão apresenta menores temperaturas e entalpia de gelatinização do que o amido nativo de milho ($73,0^{\circ}\text{C}$ e $13,1 \text{ J g}^{-1}$) nas condições descritas.

Na tabela 4 observa-se dados DSC bibliográficos dos amidos nativos de sementes de árvores.

TABELA 4: DADOS DSC OBTIDOS DAS REFERÊNCIAS DOS AMIDOS NATIVOS DE SEMENTES DE ÁRVORES.

AMIDOS NATIVOS	To (°C)	Tp (°C)	$\Delta H(\text{J g}^{-1})$	CONDIÇÕES DOS EXPERIMENTOS	REFERÊNCIAS
Castanha eur.	-	-	222,2	Cadinho = alumínio Razão aq.= $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$ umidade: 30%	Attanasio <i>et al.</i> (2004)
Pinhão	-	$63,4 \pm 0,4$	$8,0 \pm 0,5$.susp.=2mg am.:7mg água .Tempo eq.=1h .cadinho=alumínio .razão aq= $10^{\circ}\text{Cmin}^{-1}$	Bello-Perez <i>et al.</i> (2006)

3.4.5 Leguminosas

3.4.5.1 Ervilha (*Pisum sativum*, Linnaeus)

O amido de ervilha está sendo introduzido como um novo ingrediente, na indústria do processamento de carnes (Beck; Kevin, 1995, citados por Agarwall *et al.*,2004).

Amidos de diferentes cultivares de ervilha indianas foram estudados por Agarwal *et al.*(2004), que encontraram valores de amilose entre 26,9- 61,5%. Huang *et al.* (2007) encontraram valores de amilose total de 31,2 % para amidos de ervilha amarela. Hoover e Manuel (1996) encontraram valores para ervilha do campo Express de 39,87 e 43,25% de amilose aparente e total, respectivamente.

Análise por DSC foi realizada por Huang *et al.* (2007a) para estudo das propriedades térmicas do amido de ervilha amarela, apresentando $T_o = 58,2^\circ\text{C}$, $T_p = 65,1^\circ\text{C}$ e $\Delta H = 16,1 \text{ J g}^{-1}$. O experimento foi realizado após diluição das amostras em água destilada (1:5) e repouso das mesmas por 5 minutos a 10°C . A razão de aquecimento utilizada foi de $10^\circ\text{C min}^{-1}$.

3.4.5.2 Feijão (*Phaseolus vulgaris*, Linnaeus)

No Brasil, o feijão comum é um dos alimentos mais populares, sendo considerado um alimento básico de grande importância para a população rural e urbana (COSTA *et al.*, 2006).

Zhou *et al.* (2004) determinaram propriedades físico-químicas de amido de feijão preto de dois cultivares do Canadá, obtendo um rendimento entre 16,3-21,8% das sementes iniciais. O conteúdo de amilose aparente e total ficou entre 33,07-35,2% e 37,1-39,4%, respectivamente, enquanto Hoover e Manuel (1996) obtiveram valores de 35,7% e 41,2% das respectivas amiloses, também para amido de feijão preto.

Três espécies de amidos de feijão preto, Nighthawk, Midnight e UI 906, foram analisadas por Hoover e Ratnayake (2002). As propriedades térmicas de gelatinização dos amidos foram T_o entre $62,0^\circ\text{C} \pm 0,5$ - $66,9^\circ\text{C} \pm 0,5$ T_p entre $69,9^\circ\text{C} \pm 0,8$ - $76,5^\circ\text{C} \pm 0,5$, e ΔH entre $12,1 \text{ J g}^{-1} \pm 0,3$ - $12,9 \pm 0,4$. O experimento foi realizado adicionando-se 11 μL de água em 3,0 mg de amido em cadinhos de alumínio, que foram selados e deixados em repouso por 2 horas. A razão de aquecimento foi de $10^\circ\text{C min}^{-1}$.

3.4.5.3 Lentilha (*Lens culinaris*, Medik)

As lentilhas são legumes importantes nos países em desenvolvimento, sendo exclusivamente usadas em dietas humanas (HOOVER; MANUEL, 1995).

Os amidos de lentilha Laird e CCGold analisados por Hoover e Manuel (1995) e apresentaram conteúdo de amilose aparente e total variando entre 33,0-34,5% e 35,4-39,4%, respectivamente, e o rendimento de amido entre 22,0-25,0% do material inicial. Em 1996, os mesmos autores encontraram valores, para lentilha Eston, de 35,6 e 37,8% para amilose aparente e total, respectivamente.

Temperaturas de gelatinização (T_o , T_p) e a entalpia de gelatinização (ΔH) de lentilhas Milestone, do Canadá foram pesquisadas por Hoover e Ratnayake (2002), que encontraram valores de 63,0 e 69,6°C para T_o e T_p , respectivamente, e o ΔH de 13,3 J g⁻¹. O experimento foi realizado colocando-se no cadinho 3,0 mg de amido nativo e 11µL de água, que permaneceram em repouso a temperatura ambiente por 2 horas. A razão de aquecimento foi de 10°C min⁻¹.

Na tabela 5 observa-se dados DSC bibliográficos dos amidos nativos de leguminosas.

TABELA 5: DADOS DSC OBTIDOS DAS REFERÊNCIAS DOS AMIDOS NATIVOS DE LEGUMINOSAS

AMIDOS NATIVOS	T_o (°C)	T_p (°C)	ΔH (J g ⁻¹)	CONDIÇÕES DOS EXPERIMENTOS	REFERÊNCIAS
Ervilha	58,2	65,1	16,1	.Susp.=1:5 .Tempo eq.=5min. .razão aq=10°Cmin ¹	Huang <i>et al.</i> (2007a)
Feijão	62,0- 66,9±0,5	69,9±0,8- 76,5±0,5	12,1±0,3- 12,9±0,4	.susp.=3mg am.:11µL água .Tempo eq.=2h .cadinho=alumínio .razão aq=10°Cmin ¹	Hoover e Ratnayake (2002)
Lentilha	60,7- 63,0±0,5	66,1±0,9- 69,6±0,7	15,4±0,9- 15,7±0,4	.susp.=3mg am.:11µL água .Tempo eq.=2h .cadinho=alumínio .razão aq=10°Cmin ¹	Hoover e Ratnayake (2002)

3.5 TÉCNICAS ANALÍTICAS

3.5.1 Técnicas termoanalíticas

Nos dias atuais a instrumentação termoanalítica atingiu elevadíssimo grau de sofisticação, popularizou-se em função de uma aplicação prática crescente e vem sendo encarada como importante ferramenta de trabalho em todos os setores de vanguarda que se dedicam à pesquisa, ao desenvolvimento de novos produtos e ao controle de qualidade da produção.

Nos sistemas termoanalíticos a amostra é colocada em um ambiente cuja temperatura é controlada por um dispositivo programador e suas alterações são monitoradas através de um transdutor adequado que produz um sinal elétrico de saída análogo à transformação ocorrida. Este sinal de saída após a amplificação adequada é aplicado a um instrumento de leitura.

O programador de temperatura pode ser ajustado para manter constante a temperatura da amostra (operação isotérmica) ou pode ser ajustado para fazer com que a sua temperatura varie linearmente com o tempo; a razão de aquecimento pode e deve ser ajustada de acordo com as peculiaridades próprias das transformações que a amostra deverá sofrer (IONASHIRO, 2005).

As técnicas termoanalíticas fornecem resultados na forma de curvas, as quais contêm as informações a respeito das variações do parâmetro medido (LUCAS; SOARES; MONTEIRO, 2001).

3.5.1.1 Termogravimetria (TG)

É a técnica na qual a variação de massa de uma substância é medida em função da temperatura (aquecimento ou resfriamento), enquanto esta substância é submetida a uma programação controlada de temperatura. O registro é a curva termogravimétrica ou curva TG.

O equipamento utilizado na termogravimetria é a termobalança. As curvas TG permitem obter conclusões quanto à estequiometria, estabilidade térmica da amostra, composição e estabilidade de compostos intermediários, bem como composição do produto final (WENDLANDT, 1986).

As termobalanças são instrumentos que permitem a pesagem contínua de uma amostra em função da temperatura, ou seja, à medida que ela é aquecida ou resfriada. Os componentes fundamentais das termobalanças modernas são: balança registradora, forno, suporte de amostra e sensor de temperatura, programador da temperatura do forno, sistema registrador e controle da atmosfera do forno.

A temperatura do forno e/ou da amostra é determinada por meio de um par termoeletrico, ou, mais raramente através de um termômetro de resistência. A localização do sensor de temperatura é crítica, devendo estar o mais próximo possível da amostra.

Nas curvas TG, os desníveis em relação ao eixo das ordenadas correspondem às variações de massa sofridas pela amostra e permitem obter dados que podem ser utilizados com finalidades quantitativas (IONASHIRO, 2005).

3.5.1.2 Termogravimetria Derivada (DTG)

É um recurso matemático que fornece a derivada primeira da curva TG em função do tempo ou da temperatura. O registro é a curva termogravimétrica derivada ou curva DTG (WENDLANDT, 1986).

Na termogravimetria derivada (DTG), a derivada da variação de massa em relação ao tempo (dm/dt) é registrada em função da temperatura ou tempo. Portanto neste método são obtidas curvas que correspondem à derivada primeira da curva TG e nos quais os degraus são substituídos por picos que delimitam áreas proporcionais às alterações de massa sofridas pela amostra.

As vantagens da Termogravimetria Derivada são que as curvas DTG indicam com exatidão, as temperaturas correspondentes ao início e ao instante em que a velocidade de reação é máxima; os picos agudos permitem distinguir claramente uma sucessão de reações que muitas vezes não podem ser claramente distinguidas nas curvas TG e as áreas dos picos correspondem exatamente à perda ou ganho de massa e podem ser utilizadas em determinações quantitativas (IONASHIRO, 2005).

3.5.1.3 Análise Térmica Diferencial (DTA)

É a técnica na qual a diferença de temperatura (ΔT) entre a amostra e um material de referência é medida em função da temperatura, enquanto ambos (amostra e referência) são aquecidos de acordo com uma programação controlada de temperatura (WENDLANDT, 1986).

A análise térmica diferencial (DTA) é uma técnica térmica de medição contínua das temperaturas da amostra e de um material de referência termicamente inerte, à medida que ambos vão sendo aquecidos ou resfriados em um forno. Estas medições de temperatura são diferenciais, pois se registra a diferença entre a temperatura da referência T_r , e a da amostra T_a , ou seja ($T_r - T_a = \Delta T$), em função da temperatura ou do tempo, dado que o aquecimento ou resfriamento são sempre feitos em ritmo linear ($dT/dt = Cte$). Na DTA, o sinal fornecido é proporcional a diferença de temperatura entre a amostra e um material de referência termicamente estável.

Em um forno aquecido eletricamente coloca-se um suporte ou bloco dotado de duas cavidades (câmaras, células) idênticas e simétricas. Em cada uma destas cavidades, coloca-se a junção de um termopar; a amostra é colocada em uma das câmaras, e na outra é colocada à substância inerte, cuja capacidade térmica seja semelhante a da amostra. Tanto a amostra como o material de referência são aquecidos linearmente, e a diferença de temperatura entre

ambos $\Delta T = (T_r - T_a)$, é registrado em função da temperatura do forno ou do tempo (IONASHIRO, 2005).

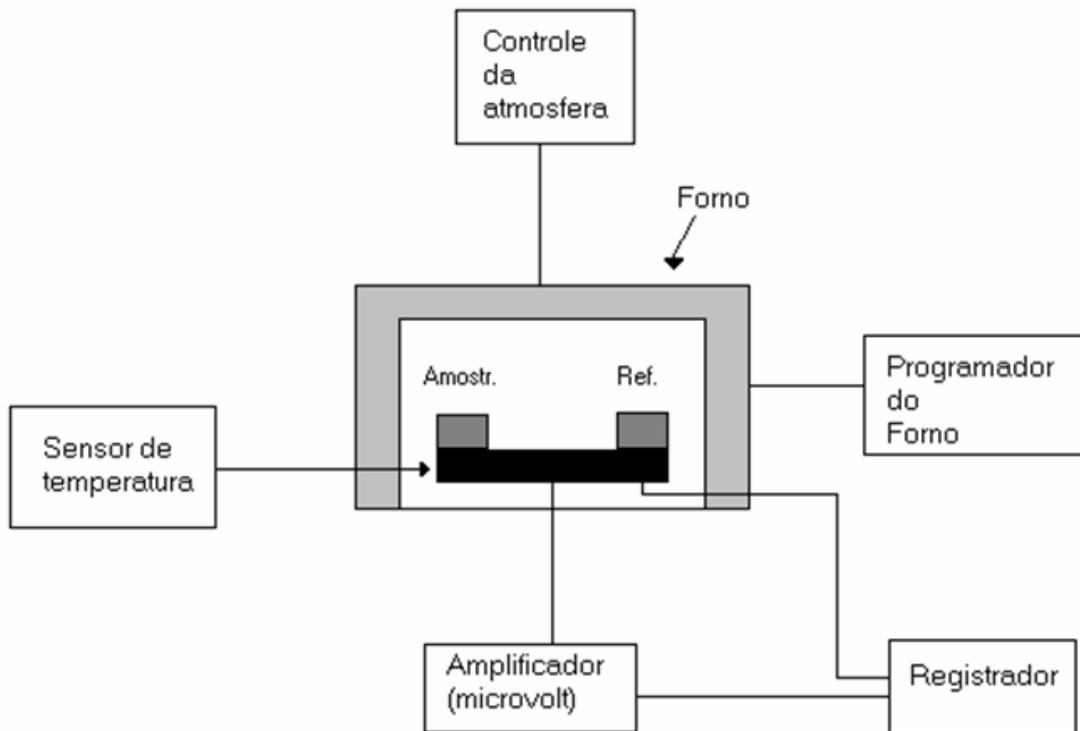


Figura 2: Diagrama de Bloco de um sistema térmico diferencial moderno

(Fonte: Ionashiro, 2005)

3.5.1.4 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

É a técnica através da qual se mede a diferença de energia fornecida a uma substância e a um material de referência em função da temperatura, enquanto ambos são aquecidos ou resfriados de acordo com uma programação controlada de temperatura. O registro é a curva DSC (WENDLANDT, 1986).

De acordo com o método de medição utilizado, há duas modalidades: calorimetria exploratória diferencial com compensação de potência e calorimetria exploratória diferencial com fluxo de calor.

Na DSC com compensação de potência a amostra e o material de referência são aquecidos ou resfriados em compartimentos separados, individualmente, assim, se a amostra sofre alterações de temperatura, devido a um evento exo ou endotérmico, ocorre uma modificação na potência de entrada do forno correspondente, de modo a anular esta diferença.

Enquanto na DSC com fluxo de calor a amostra e o material de referência são colocados sobre um disco termoelétrico e aquecidos por uma única fonte de calor, o qual é transferido através do disco para a amostra e o material de referência e o fluxo de calor diferencial entre os dois é controlado por termopares conectados abaixo do cadinho (CARVALHO FILHO, 2000).

Através dessas técnicas, podem-se acompanhar os efeitos de calor associados com alterações físicas ou químicas da amostra, tais como transições de fase (fusão ebulição, sublimação, congelação, inversões de estruturas cristalinas) ou reações de desidratação, de dissociação, de decomposição, de óxido-redução, etc. capazes de causar variações de calor. Em geral transições de fase, desidratações, reduções e certas reações de decomposição produzem efeitos endotérmicos, enquanto que cristalizações, oxidações, algumas reações de decomposição produzem efeitos exotérmicos.

Essas técnicas permitem também, estudar transições que envolvem variações de entropia (transições de segunda ordem), das quais, as mais comuns são transições vítreas que certos polímeros podem sofrer (IONASHIRO, 2005).

A temperatura *onset* também pode ser obtida por DSC, e refere-se à temperatura em que o primeiro desvio de linearidade da linha base da amostra é observado. É definida como a

interseção entre a tangente do declive de ascensão máximo de um pico e a extrapolação da linha base da amostra (HATAKEYAMA; QUINN, 1999).

A calorimetria exploratória diferencial (DSC), quando aplicada ao amido, fornece medidas quantitativas do fluxo de calor associado à gelatinização. Por detecção das fases de transição, os métodos de DSC têm a vantagem de serem independentes da birrefringência dos grânulos. As mudanças de entalpia observadas por DSC geralmente são relacionadas à transição do tipo ordem/desordem dos cristais presentes em extensos arranjos ordenados internos e em regiões de menor ordem cristalina do grânulo (CEREDA, 2002). É sabido, que o teor de umidade influi nas temperaturas encontradas na técnica de DSC. Para o amido, também o teor de amilose é de fundamental importância (LIU *et al.*, 2006).

Informações fornecidas pelas medidas DSC usualmente incluem temperaturas de transição vítrea (T_g), fusão (T_m), e gelatinização (T_s); entalpias (ΔH) durante fusão e gelatinização são também obtidas. DSC pode também, ser usada para outras propriedades físico-químicas dos géis de polissacarídeos, como a estabilidade térmica, cinética das reações, transição vítrea (em alguns casos), tempo e temperatura de cristalização, porcentagem de cristalinidade e capacidade calorífica específica (WANG; CUI, 2005).

Existem várias maneiras de se adicionar água ao amido para estudos de DSC. Um envolve instalação da amostra de amido em diferentes condições de umidade para absorver água. A massa do cadinho é pesada. O amido é colocado dentro do cadinho, que é pesado novamente para calcular a massa da amostra de amido. O cadinho contendo amido é colocado em condições de elevada umidade por 24 horas, para absorver umidade e equilibrar este conteúdo. O cadinho é então imediatamente selado e pesado novamente para calcular o conteúdo de água adicional. A vantagem deste método é que o conteúdo de água se distribui de forma homogênea se o tempo de equilíbrio for longo o suficiente.

A segunda maneira envolve uma pré-mistura do amido com água num frasco de vidro. A massa de um frasco de vidro de 10 mL com tampa é primeiramente pesado. O amido é então adicionado dentro do frasco, que é pesado novamente para calcular a massa do amido. A água é adicionada, utilizando uma seringa de 10ml cheia com o volume desejado e misturada bem com uma espátula pequena. O frasco é então fechado e pesado novamente para calcular o conteúdo de água. A amostra permanecerá em equilíbrio dentro do frasco. As vantagens deste método são a simplicidade e a facilidade de controle do conteúdo de água adicionado ao frasco. Entretanto, existe a possibilidade de umidade menor durante o movimento da amostra para o cadinho de DSC, especialmente para amostras contendo elevados conteúdos de umidade.

O terceiro método é adicionar água diretamente no cadinho DSC. A massa do cadinho e da tampa são primeiramente determinados. O amido é colocado dentro do cadinho, que é pesado novamente para calcular a massa da amostra de amido. A água é adicionada no cadinho com uma seringa de 25 μ L e misturada lentamente com uma agulha. O cadinho é fechado e a quantidade de água adicional é calculada pesando o cadinho contendo a amostra novamente. A amostra é deixada em equilíbrio. A vantagem deste método é que a quantidade de água é precisamente medida e controlada (YU; CHRISTIE, 2001).

3.5.2 Determinação de amilose aparente e total

Uma distinção é feita entre amilose aparente (medida na presença de lipídios complexados com a amilose, com capacidade reduzida de ligação com iodo) e amilose total (medida com preparações livres de lipídios), pois ambos são valores em estudo em amidos de cereais não-cerosos que, diferente de amidos de outras fontes, contêm quantidades apreciáveis de lipídios internos.

A amilose é determinada por diversas metodologias, porém nenhuma é totalmente aceita como ideal. Há variação nos dados da literatura o que comprova a falta de uma técnica completamente confiável para a sua quantificação. Observam-se variações de acordo com o emprego de diferentes padrões de amilose (CEREDA, 2002).

Muitas vezes, o teor de amilose é superestimado porque as ramificações das cadeias de amilopectina muito longas podem interagir também com o Iodo, usado na identificação da amilose, produzindo um resultado mais elevado que o real. E ainda, o teor de amilose reportado nos trabalhos, normalmente se refere ao teor de amilose aparente (McPHERSON; JANE, 1999).

As técnicas mais comumente utilizadas baseiam-se na afinidade da amilose pelo iodo, conferindo coloração azul ao complexo, que então é determinado colorimetricamente.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAL

Foram utilizados amidos nativos de diversos vegetais: frutos (banana, maçã), tuberosas (batata, batata-doce, mandioca, mandioquinha-salsa), cereais (milho regular, milho ceroso, trigo), sementes de árvores (castanha européia, pinhão) e leguminosas (ervilha, feijão, lentilha).

As matérias-primas foram obtidas no comércio da cidade de Ponta Grossa, Paraná, e no Laboratório de Cereais, Raízes e Tubérculos do Departamento de Engenharia de Alimentos, da UEPG. As extrações dos amidos foram realizadas no Laboratório acima citado.

Os amidos comprados no comércio local foram de milho regular (MAIZENA[®]), batata (YOKI[®]) e mandioca (JANDIRA[®]). A etapa de extração foi feita para amidos indisponíveis comercialmente no Brasil, de banana, castanha européia, ervilha, lentilha, maçã, pinhão e

trigo. Os demais amidos (batata doce, feijão, mandioca salsa e milho ceroso) estavam disponíveis no laboratório de Engenharia de Alimentos da UEPG.

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Extração dos amidos

Realizada de acordo com a técnica de Moorthy (1991), com algumas alterações, que utiliza hidróxido de sódio para eliminar interferência de polissacarídeos não amiláceos.

As amostras de banana, castanha européia, ervilha, lentilha, maçã e pinhão foram primeiramente descascadas e trituradas com água em liquidificador industrial marca SKYMSEN, modelo LS-08. Utilizou-se 500 g de amostra para cada 5 litros de água.

Posteriormente ocorreu a filtração em peneira 150 mesh e 325 mesh, para separação das impurezas. O filtrado repousou por 24 horas, e o amido sedimentado foi colocado em solução de hidróxido de sódio $0,025 \text{ mol L}^{-1}$ padronizado. A solução de amido repousou por 24 horas, e a solução de hidróxido de sódio foi trocada. Esta etapa se repete até o sobrenadante tornar-se límpido. A centrifugação das amostras não pôde ser efetivada porque impurezas ficam misturadas ao amido, enquanto em repouso, elas permanecem sobre o amido e no sobrenadante.

Segue-se à neutralização até pH 7,0 da solução de amido com ácido clorídrico $0,025 \text{ mol L}^{-1}$ padronizado. O pH é observado através de um potenciômetro de pH Hanna HI 8424.

A etapa final é a secagem do amido a 45°C em estufa com circulação de ar até peso constante.

Para extração do amido de maçã foi utilizada solução de metabissulfito de potássio 0,16%, acrescentada a partir do início da extração, em substituição à água, para minimizar o escurecimento enzimático, segundo Singh, Inouchi e Nishinari (2005).

A farinha de trigo branca foi utilizada para extração do amido de trigo. Realizou-se a formação de uma massa com água que foi posteriormente lavada, também com água, para separar o amido do glúten. O glúten foi desprezado, e a água de lavagem, contendo o amido, foi utilizada para continuação da extração a partir da filtração em peneira.

4.2.2 Termogravimetria (TG) e Análise Térmica Diferencial (TG-DTA)

As curvas termogravimétricas foram obtidas simultaneamente no instrumento TG-60 (SHIMADZU[®]). Cada amostra de amido nativo foi retirada do dessecador e previamente pesada em uma balança analítica (SHIMADZU[®] AY 220) para se obter uma massa entre 8,0 e 10,0 mg. Todas as amostras foram pesadas e colocadas em cadinhos α -alumina. Foram utilizadas condições de análise descritas por Lacerda (2006), numa atmosfera dinâmica de ar sintético com vazão de 100 mL min⁻¹. A razão de aquecimento foi de 20°C.min⁻¹.

Para se obter os valores observados nas curvas, foi utilizado o programa TA 60 (SHIMADZU[®]).

4.2.3 Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC)

Características térmicas sobre o processo de gelatinização dos amidos nativos foram estudadas usando aparelho DSC (SHIMADZU[®]) (DSC de fluxo de calor), calibrado com padrão de índio fornecido pelo fabricante.

Cada amostra foi retirada do dessecador e previamente pesada numa balança analítica (SHIMADZU[®] AY 220), para se obter um valor entre 5,0 e 7,5 mg para análise. Os experimentos foram realizados preparando-se, primeiramente, uma suspensão, de acordo com técnica descrita por Yu e Christie (2001) com uma porção de amido para quatro porções de água destilada (1:4), num béquer de vidro, ficando o material em repouso à temperatura ambiente por duas horas, para ocorrer um equilíbrio da suspensão. Após este tempo, com auxílio de micropipeta (LABMATE[®]) foi colocado 10uL desta suspensão num micro-cadinho de alumínio selável (SHIMADZU[®]). No calorímetro é acondicionado um micro-cadinho de alumínio, vazio, idêntico ao da amostra, para ser utilizado como referência.

As condições de análise utilizadas foram as descritas por Lacerda (2006). A razão de aquecimento foi de $5^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$, com temperatura de 30 até 100°C , em atmosfera de ar sintético, numa vazão de 100 mL min^{-1} . Para se obter os valores observados nas curvas, foi utilizado o programa TA 60 (SHIMADZU[®]).

4.2.4 Determinação de amilose aparente e total

A técnica utilizada foi de Hoover e Ratnayake (2001). Todo o material utilizado para análise foi previamente lavado com solução sulfocrômica.

Primeiramente 20 mg de cada amido foram pesados em tubos de 10 mL com tampa, e dissolvidos em 8,0 mL de solução de dimetilsulfóxido a 90% v/v. O conteúdo dos tubos foi agitado vigorosamente por 20 minutos e então aquecido em um banho-maria (com agitação contínua) a 85°C por 15 minutos. O conteúdo dos tubos foi resfriado a temperatura ambiente e diluído com água deionizada em um balão volumétrico de 25 mL.

Retirou-se uma alíquota de 1,0 mL desta diluição que foi colocada, com 40 mL de água e 5,0 mL de solução de Iodo/Iodeto de Potássio (I_2 $0,0025\text{ mol L}^{-1}$ e KI $0,0065\text{ mol L}^{-1}$),

em um balão volumétrico, para um volume final de 50 mL. O conteúdo permaneceu em repouso por 15 minutos a temperatura ambiente para posteriormente ser feita leitura da absorbância em espectrofotômetro (SHIMADZU[®] UV mini 1240) a 600 nm.

Para o conteúdo de amilose total, as amostras de amido foram determinadas pelo procedimento descrito acima, mas com um anterior desengorduramento com *n*-propanol:água (3:1) à quente por 7 horas. Foram pesados 200mg de cada amido, colocados em frasco de 10 mL com tampa e acrescentado 8,0 mL da solução de *n*-propanol:água. Os frascos foram levados para banho-maria a 85 °C e, após 7 horas, resfriados e filtrados em cadinho sinderizado para posterior secagem em estufa a 45°C com circulação de ar, até peso constante.

O conteúdo de amilose foi calculado de uma curva padrão, observada na Figura 3, usando misturas de amido de batata da marca SIGMA[®], para amilose tipo III e da marca Fluka Biochemika[®], para amilopectina (numa faixa de 0-100% de amilose).

O teor de amilopectina (%) foi calculado pela subtração do teor de amilose total (%) de 100%; enquanto o teor de amilose complexada com lipídios (%) foi obtido pela subtração de amilose total (%) e amilose aparente (%):

$$AP = 100 - AM \text{ TOTAL}$$

$$ACL = AM \text{ TOTAL} - AM \text{ APARENTE}$$

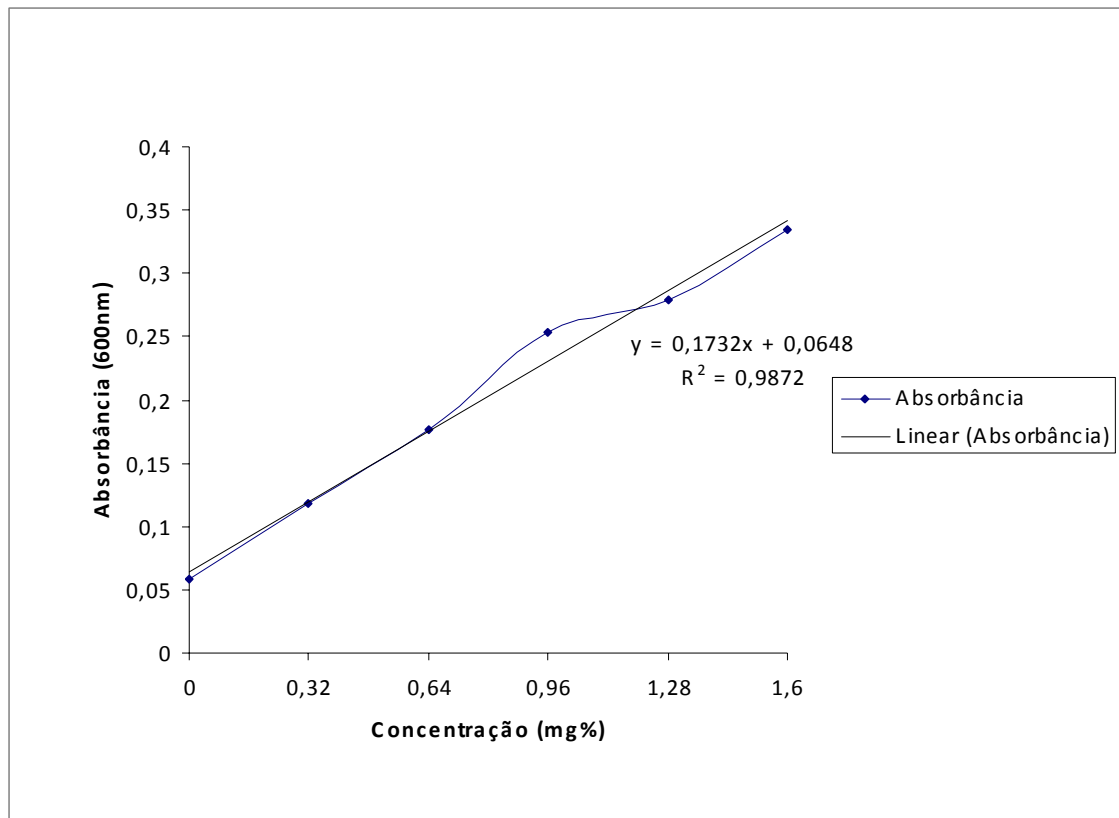


Figura 3: Curva de calibração da amilose

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 FRUTOS

5.1.1 AMIDO DE BANANA

5.1.1.1 TG e DTA

As curvas TG/DTA e TG/DTG do amido nativo de banana, Figura 4, mostram perdas de massa em três etapas, associadas aos eventos endo e exotérmicos, entre as temperaturas de 30-550°C.

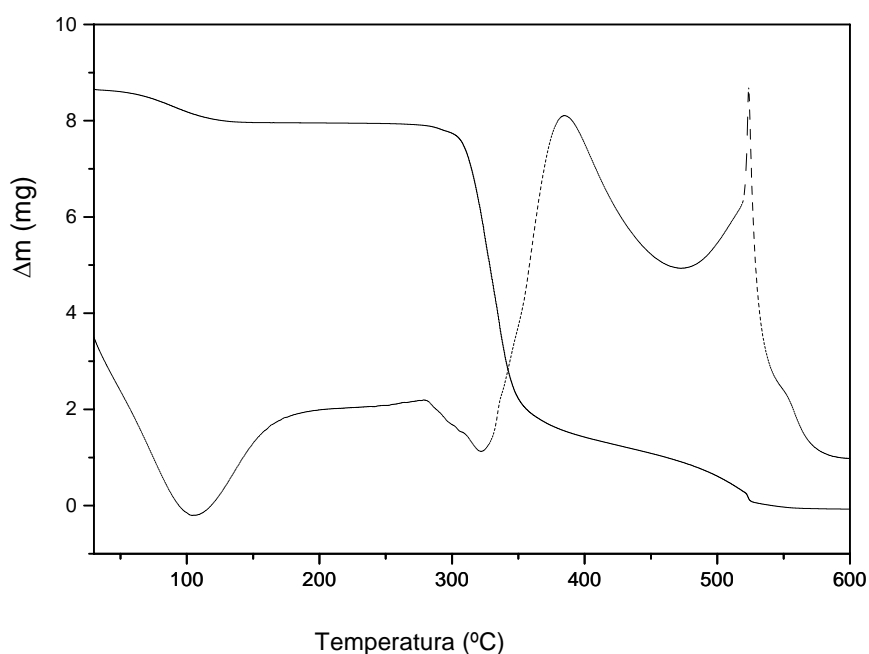


Figura 4: Curvas TG (—) e DTA (---) de amido nativo de banana.

A massa inicial da amostra de amido nativo de banana foi de 8,6 mg. A primeira perda de massa ocorre entre 30 e 124°C, associada ao pico endotérmico a 100°C e é atribuída à desidratação de 8,1%.

A decomposição térmica do amido anidro ocorre em duas etapas consecutivas entre 285,8-473°C e 473°C-546°C, associadas aos picos endotérmicos a 300°C e 322°C e aos picos exotérmicos em 385°C e 525°C, com perdas de massa correspondentes a 81,7% e 9,8%, respectivamente. Um resíduo de 0,4 % é obtido do amido nativo de banana.

5.1.1.2 DSC

As características de gelatinização do amido nativo de banana foram uma T_o de 61,8°C, T_p de 66,9°C e um ΔH de 7,9 J g⁻¹, conforme Figura 5.

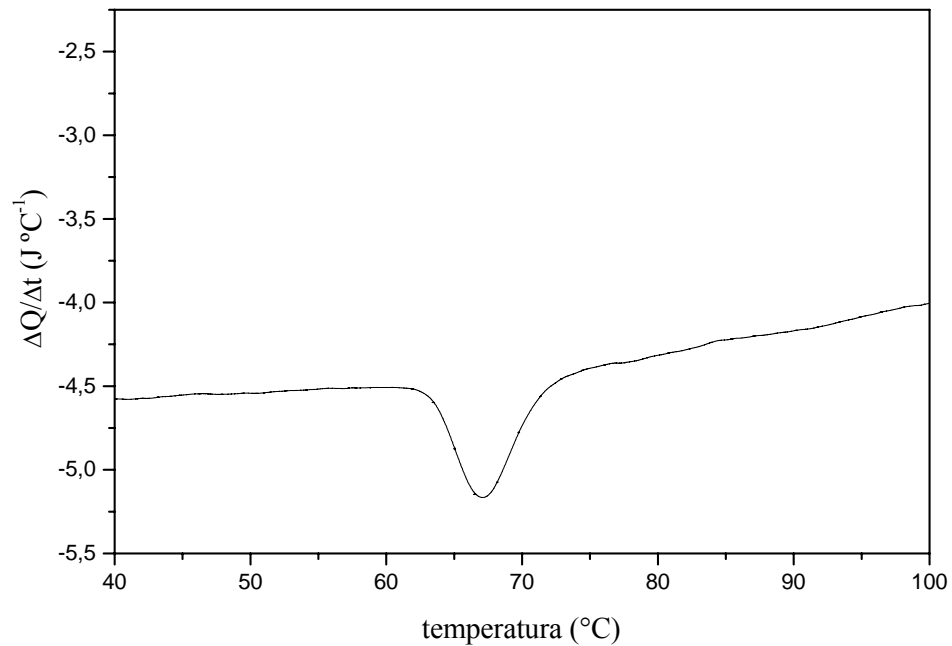


Figura 5: Curva DSC de amido nativo de banana.

Para a diluição inicial do amido nativo de banana foram utilizados 6,2 mg do amido.

Núñez-Santiago *et al.* (2004) encontraram valores de temperaturas de gelatinização maiores ($T_o = 75,46 \text{ °C} \pm 0,3$; $T_p = 80,70 \text{ °C} \pm 0,21$ e $\Delta H = 16,82 \text{ J g}^{-1} \pm 0,56$) utilizando um equilíbrio de uma hora para suspensão de 2mg de amido em 7 mg de água, numa razão de aquecimento de 10 °C min^{-1} . Lii, Chang e Young (1982) demonstraram que, com o amadurecimento do fruto, diminui o teor de amido e aumenta a sua temperatura de gelatinização, portanto, o grau de maturação do fruto pode ter influenciado os resultados. Outros fatores que podem influenciar os resultados são as condições de realização do experimento, de acordo com Yu e Christie (2001).

5.1.1.3 Teor de amilose aparente e total

O teor de amilose aparente do amido nativo de banana ficou em 8,3% e de amilose total de 9,0% em base seca. Ling *et al.* (1982), citados por Walisewski *et al.*(2003) encontraram, para teor de amilose aparente, valor de 19,5 %, para o amido de banana Cavendish. Walisewski *et al.*(2003), pesquisando banana Valery encontraram um teor de 40,7% e Bello-Perez *et al.* (1999) obtiveram valores de 18% para banana macho e 87% para banana criollo. Ainda Eggleston *et al.*(1992), pesquisando bananas comuns e bananas híbridas, chegaram a valores entre 9,1- 12%.

5.1.2 AMIDO DE MAÇÃ

5.1.2.1 TG e DTA

As curvas TG/DTA do amido nativo de maçã, Figura 6, mostram perdas de massa em três etapas, associadas aos eventos endo e exotérmicos, entre as temperaturas de 30-553,7°C.

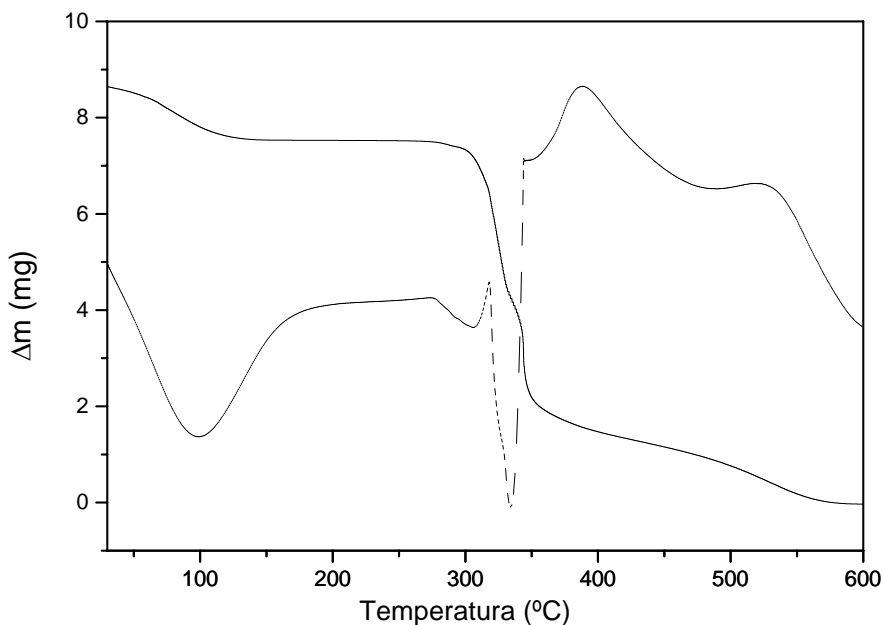


Figura 6: Curvas TG (—) e DTA (---) de amido nativo de maçã.

A massa inicial da amostra de amido nativo de maçã foi de 8,7 mg. A primeira perda de massa ocorre entre 30 e 125°C, associada ao pico endotérmico a 100°C e é atribuída à desidratação de 13,8%.

A decomposição térmica do amido anidro ocorre em duas etapas consecutivas entre 278,3-477°C e 477°C-553°C, associadas aos dois picos endotérmicos a 304°C e 333°C e aos picos exotérmicos em 388°C e 525°C, com perdas de massa correspondentes a 74,5% e 11,6%, respectivamente. Um resíduo de 0,1% é obtido do amido nativo de maçã.

5.1.2.2 DSC

O comportamento termoanalítico de gelatinização do amido nativo de maçã apresentou T_o de 56,0°C, T_p de 63,2°C e ΔH de 8,0 J g⁻¹, conforme Figura 7.

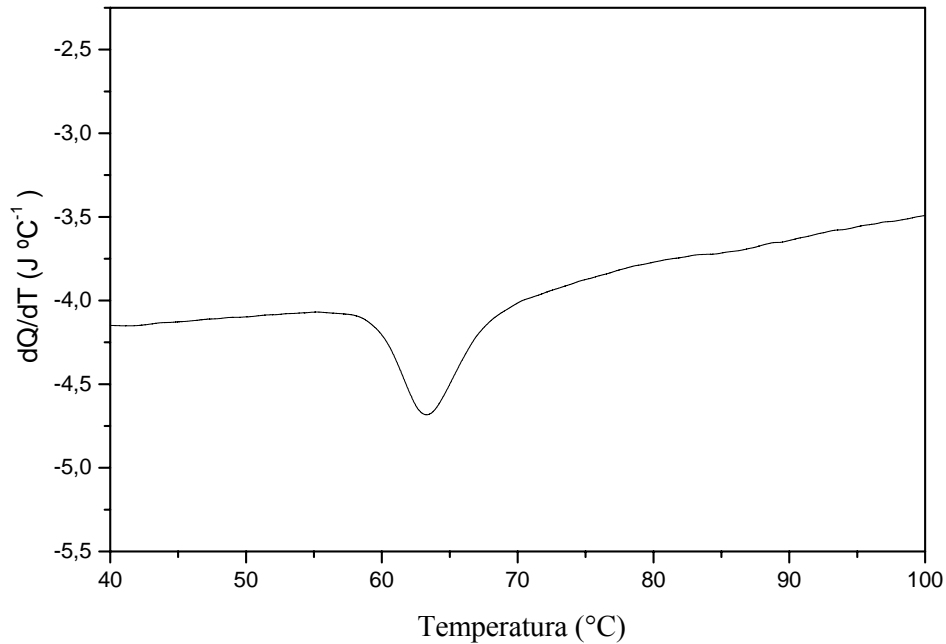


Figura 7: Curva DSC de amido nativo de maçã.

A diluição inicial do amido de massa foi realizada com 7,3 mg de amostra.

Para a maçã imatura pesquisada neste trabalho, da variedade Gala, a temperatura de gelatinização e o ΔH apresentaram valores menores que aqueles encontrados por Stevenson, Domoto e Jane (2006), de T_o de 66,1°C, T_p de 70,9°C e ΔH de 17,1 J g⁻¹. Entretanto, foram utilizadas outras condições experimentais, como formação de uma suspensão de 2 mg de amido em 6,0 mg de água dentro do próprio cadinho de alumínio e uso de uma razão de aquecimento de 10°C min⁻¹. Além disso, sabe-se que ocorre a influência do estágio de maturação dos frutos dos quais foram extraídos os amidos, segundo Lii, Chang e Young (1982).

5.1.2.3 Teor de amilose aparente e total

O valor de amilose aparente do amido nativo de maçã ficou em 26,0 %; valor muito próximo ao encontrado por Singh, Inouchi e Nishinari (2005), de 28,0%, para maçãs da espécie Ruspippum. O valor de amilose total foi de 35,0%.

Nas tabelas 6, 7 e 8 estão os resultados obtidos para amidos nativos de frutos, das curvas TG/DTA, DSC e teor de amilose aparente, amilose total, amilopectina e amilose complexada com lipídios.

TABELA 6: RESULTADOS OBTIDOS DAS CURVAS TG E DTA DE AMIDOS NATIVOS DE FRUTOS

Amidos	Resíduos (%)	Perdas de massa (%)		
		1° perda	2° perda	3° perda
Banana	0,4	8,1	81,72	9,8
Maçã	0,1	13,8	74,5	11,6

TABELA 7: TEMPERATURAS DE GELATINIZAÇÃO OBSERVADAS NAS CURVAS DSC DE AMIDOS NATIVOS DE FRUTOS

Amidos	$\Delta H(J g^{-1})$	Tonset (°C)	Tpico (°C)
Banana	7,9	61,8	66,9
Maçã	8,02	56,0	63,2

TABELA 8: VALORES DE AMILOSE APARENTE, AMILOSE TOTAL, AMILOPECTINA E AMILOSE COMPLEXADA COM LIPÍDIOS

Amidos nativos	Teor de AM aparente (g%)	Teor de AM total (g%)	Teor de AP (g%)	ACL (g%)
Banana	8,3	9,0	91,0	0,7
Maçã	26,0	35,0	65,0	9,0

5.2 TUBEROSAS

5.2.1 AMIDO DE BATATA

5.2.1.1 TG e DTA

As curvas TG e DTA e do amido nativo de batata, Figura 8, mostram perdas de massa em três etapas, associadas aos eventos endo e exotérmicos, entre as temperaturas de 30-538°C.

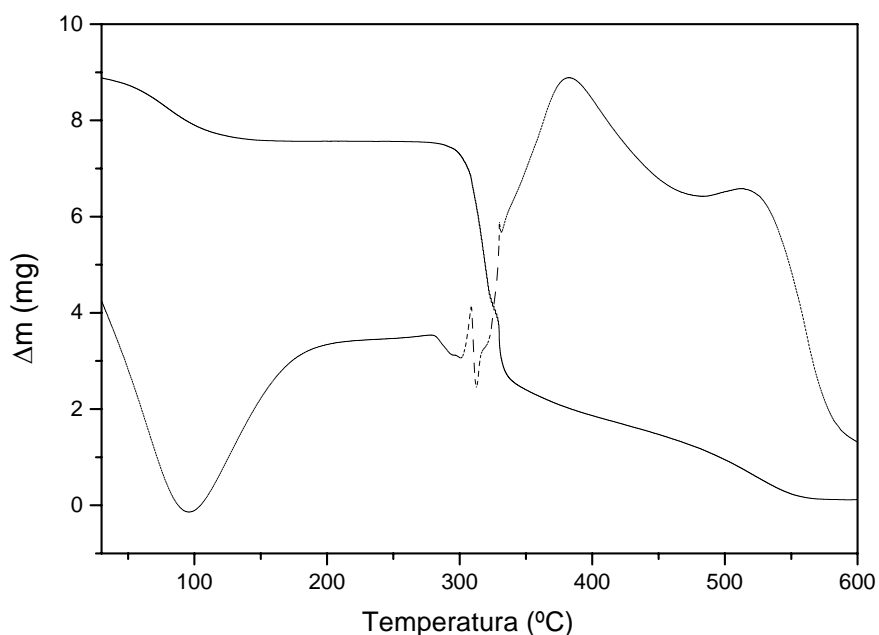


Figura 8: Curvas TG (—) e DTA (---) de amido de batata.

A massa inicial da amostra de amido nativo de batata foi de 8,9 mg. A primeira perda de massa ocorre entre 30 e 144°C, associada ao pico endotérmico a 100°C e é atribuída à desidratação de 14,6%.

A decomposição térmica do amido anidro ocorre em duas etapas consecutivas entre 289,2-363°C e 363-538°C, associadas aos dois picos endotérmicos a 301°C e 312°C e aos picos exotérmicos em 383°C e 511°C, com perdas de massa correspondentes a 72,8% e 12,2%, respectivamente. Um resíduo de 0,4 % é obtido do amido nativo de batata.

GUINESI *et al.* (2006) encontraram a principal perda de massa do amido nativo de batata entre 304-361 °C e correspondente a 56%, numa vazão de 20 mL min⁻¹, entretanto, este trabalho não pode ser comparado porque utiliza razão de aquecimento de 10 °C min⁻¹ e atmosfera de nitrogênio.

5.2.1.2. DSC

As características termoanalíticas de gelatinização do amido nativo de batata correspondem a uma T_o de 56,4 °C, T_p de 63,7 °C e ΔH de 8,2 J g⁻¹, conforme apresentado na Figura 9.

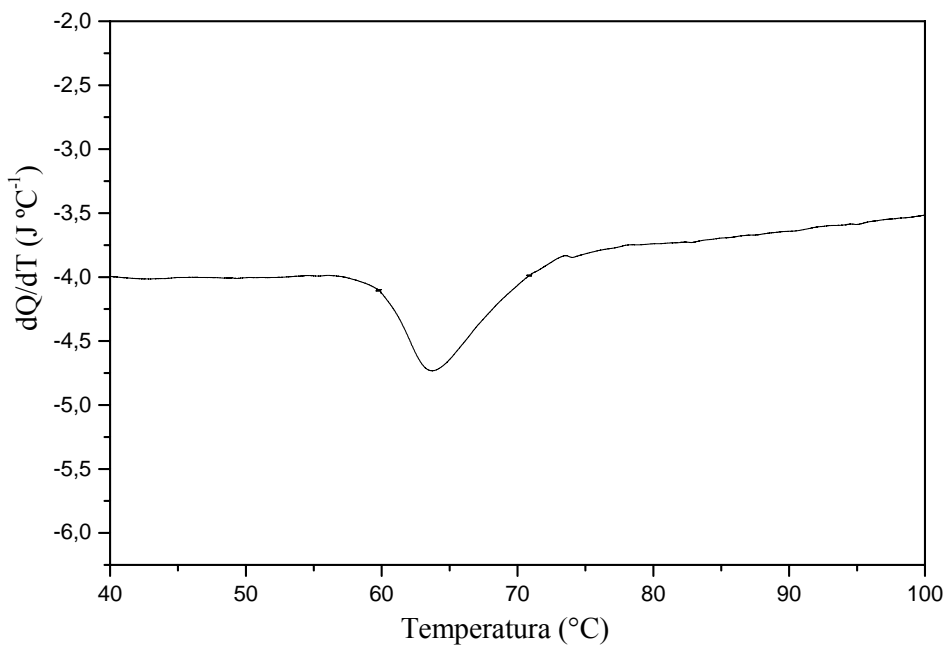


Figura 9: Curva DSC de amido nativo de batata.

A diluição inicial do amido nativo de batata foi realizada com 7,1 mg do amido.

Para o amido nativo de batata, os resultados obtidos podem ser comparados com os de Karlsson e Eliasson (2003), que analisaram amidos nativos de mesocarpo de batata Asterix, encontrando valor de T_p próximo ao valor deste experimento (63,3 °C), mas o valor de ΔH

muito maior ($17,2 \text{ J g}^{-1}$), pois as condições do experimento foram diferentes, um tempo de equilíbrio do amido em água de 20 minutos, em uma suspensão de 1: 3,25 e utilizando uma razão de aquecimento de $10^\circ\text{C min}^{-1}$.

5.2.1.3 Teor de amilose aparente e total

O teor de amilose aparente de amido de batata foi de 24,2% do peso seco e o teor de amilose total, de 31,1%.

Os valores estão próximos aos encontrados por Fredriksson *et al.*(1997) para amilose aparente de batatas Prevalent de 24,7%.

5.2.2 AMIDO DE BATATA DOCE

5.2.2.1 TG e DTA

As curvas TG/DTA do amido nativo de batata doce, Figura 10, mostram perdas de massa em três etapas, associadas aos eventos endo e exotérmicos, entre as temperaturas de 30-514,8 °C.

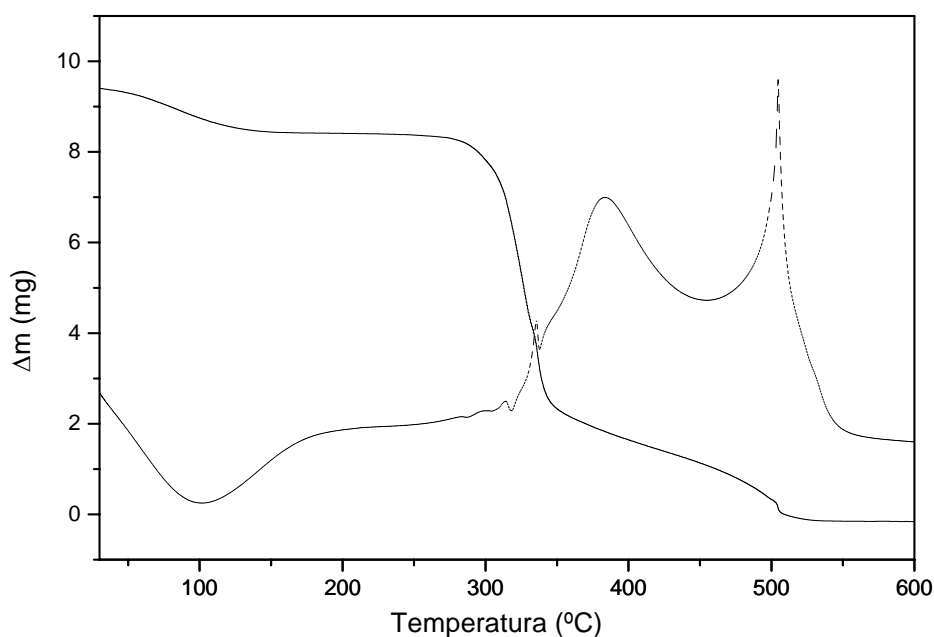


Figura 10: Curvas TG (—) e DTA (---) de amido nativo de batata doce.

A massa inicial da amostra de amido nativo de batata doce foi de 9,3 mg. A primeira perda de massa ocorre entre 30 e 136 °C, associada ao pico endotérmico a 100 °C e é atribuída à desidratação de 9,7%.

A decomposição térmica do amido anidro ocorre em duas etapas consecutivas entre 263,7-451°C e 451-514,8 °C, associadas a um pico endotérmico a 316 °C e a três picos exotérmicos em 335°C, 383°C, e 505°C, com perdas de massa correspondentes a 80,2% e 9,7%, respectivamente. Um resíduo de 0,4 % é obtido do amido nativo de batata doce.

5.2.2.2 DSC

As características termoanalíticas de gelatinização de amido nativo de batata doce apresentaram valores de T_o de 65,5 °C, T_p de 69,90 °C e ΔH de 1,8 J g⁻¹, conforme apresentado na Figura 11.

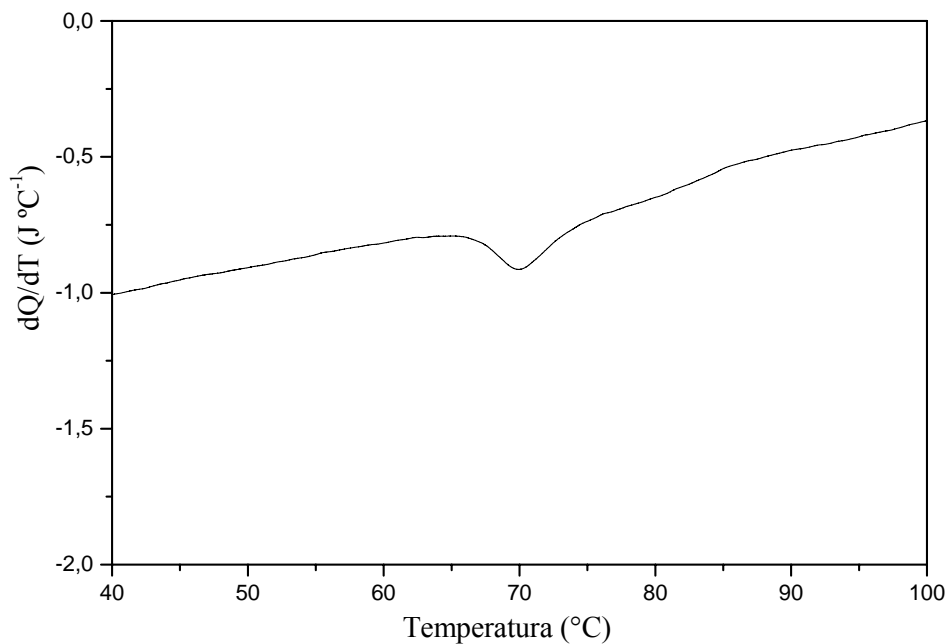


Figura 11: Curva DSC de amido nativo de batata doce.

Para diluição inicial do amido nativo de batata doce foram utilizados 6,7 mg.

O amido de batata doce apresentou T_o e T_p dentro das faixas encontradas por Noda *et al.* (1997), de 55,8-73,1 °C, para T_o e de 61,3-76 °C para T_p , que realizaram experimentos com batatas doces em diferentes estágios de plantio e colheita, numa suspensão com 30% de água, entretanto, sem existir um tempo de equilíbrio entre amido-água, e uma razão de aquecimento de 10 °C min⁻¹. Estas diferenças na análise são as principais causas da diferença no valor do ΔH deste trabalho, fora da faixa de Noda *et al.* (1997) de 13,7-16,4 J g⁻¹.

5.2.2.3 Teor de amilose aparente e total

O teor de amilose aparente do amido nativo de batata doce ficou em 20,6% e para amilose total de 21,3 % em base seca, sendo que Srichuwong *et al.* (2006) encontraram valores de 19,8%, para o amido nativo de batata doce e Noda *et al.*(1997) obtiveram teores de amilose para amidos nativos de batata doce com diferentes épocas de plantio e colheita das raízes, entre 15,4- 21,6 % $\pm 0,7$.

5.2.3 AMIDO DE MANDIOCA

5.2.3.1 TG e DTA

As curvas TG/DTA do amido nativo de mandioca, Figura 12, mostram perdas de massa em três etapas, associadas aos eventos endo e exotérmicos, entre as temperaturas de 30-544 °C.

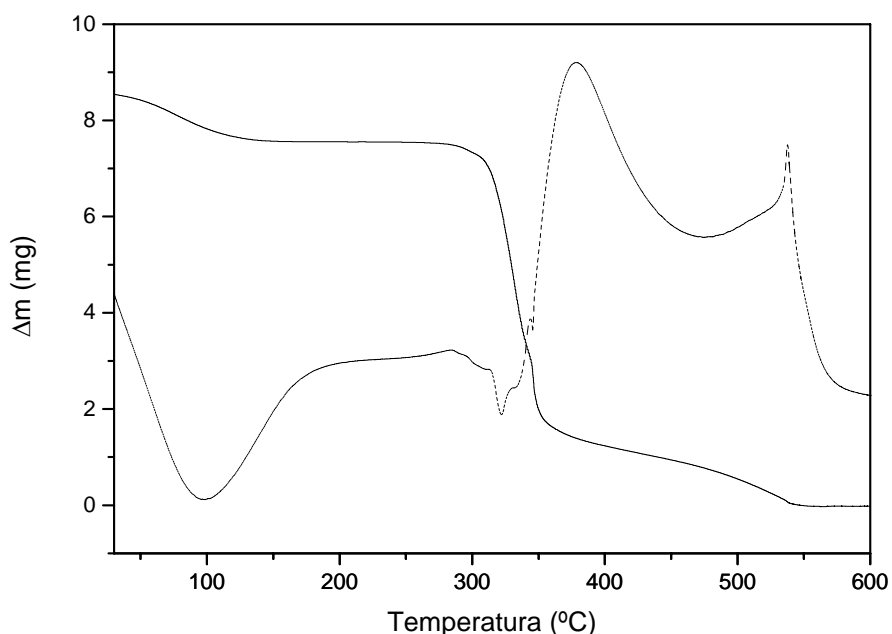


Figura 12: Curvas TG (—) e DTA (---) de amido nativo de mandioca.

A massa inicial da amostra de amido nativo de mandioca foi de 8,5 mg. A primeira perda de massa ocorre entre 30 e 137 °C, associada ao pico endotérmico a 100 °C e é atribuída à desidratação de 11,8%.

A decomposição térmica do amido anidro ocorre em duas etapas consecutivas entre 285,8-478 °C e 478°C-546 °C, associadas aos picos endotérmicos a 300 °C e 322,1 °C e aos picos exotérmicos em 379,5 °C e 537,9 °C, com perdas de massa correspondentes a 79,1% e 8,8%, respectivamente. Um resíduo de 0,3 % é obtido do amido nativo de mandioca.

5.2.3.2 DSC

As características termoanalíticas de gelatinização do amido nativo de mandioca apresentaram T_o de 56,0 °C, T_p de 64,7 °C e ΔH de 9,5J g⁻¹, conforme apresentado na Figura 13.

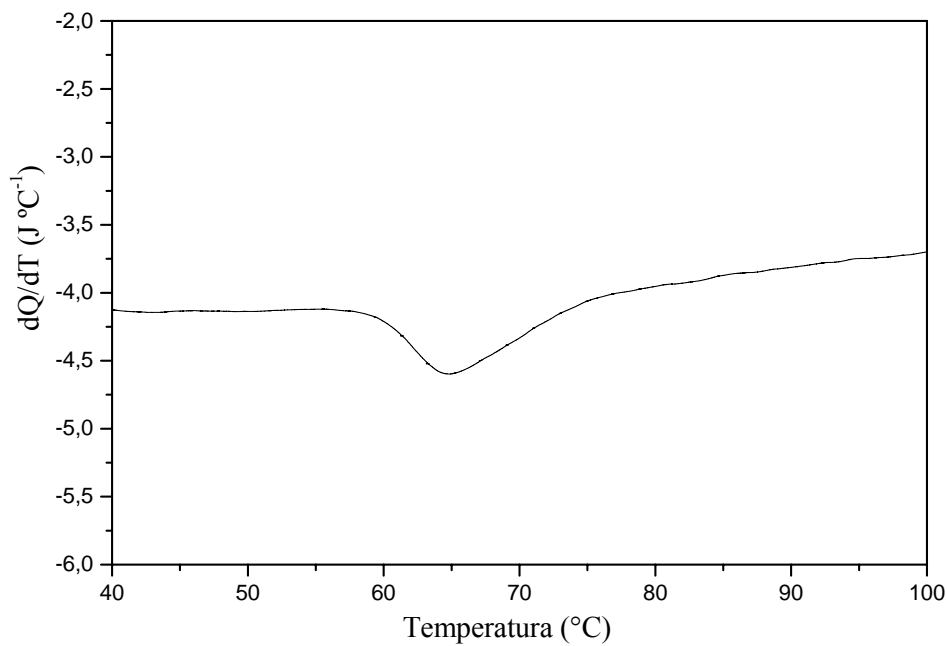


Figura 13: Curva DSC de amido nativo de mandioca.

A diluição inicial do amido nativo de mandioca foi realizada com 7,1 mg do amido.

FREITAS *et al* (2004) também realizaram trabalhos com mandioca numa razão de aquecimento de 5 °C min⁻¹, mas com fluxo de nitrogênio a 50 mL min⁻¹ e encontraram T_p de 63,5 °C, T_o de 51,5 °C e ΔH de 6,5 J g⁻¹, iniciando a partir de uma suspensão de 5,0 mg de amido e 10,0 mg de água, pesados diretamente no cadinho, onde permaneceram em equilíbrio por 30 minutos.

5.2.3.3 Teor de amilose aparente e total

O valor de amilose aparente de amido nativo de mandioca, encontrado neste trabalho, foi de 17,3 % em base seca, sendo que Srichuwong *et al.*(2005) encontraram valor de 17,9%.

O teor de amilose total foi de 17%, o mesmo valor encontrado por Whistler e BeMiller (1997) para o conteúdo de amilose. Entretanto, outros autores como Peroni, Rocha e Franco (2006) obtiveram valores de 19,8 % $\pm 0,36$ e Hoover (2001) entre 18,6- 23,6%. Estas diferenças nos conteúdos de amilose encontradas por diferentes autores devem-se aos diferentes métodos analíticos utilizados e a idade e variedades diferentes das plantas (PERONI, ROCHA, FRANCO, 2006).

5.2.4 AMIDO DE MANDIOQUINHA SALSA

5.2.4.1 TG e DTA

As curvas TG/DTA do amido nativo de mandioquinha salsa, Figura 14, mostram perdas de massa em três etapas, associadas aos eventos endo e exotérmicos, entre as temperaturas de 30-549,4 °C.

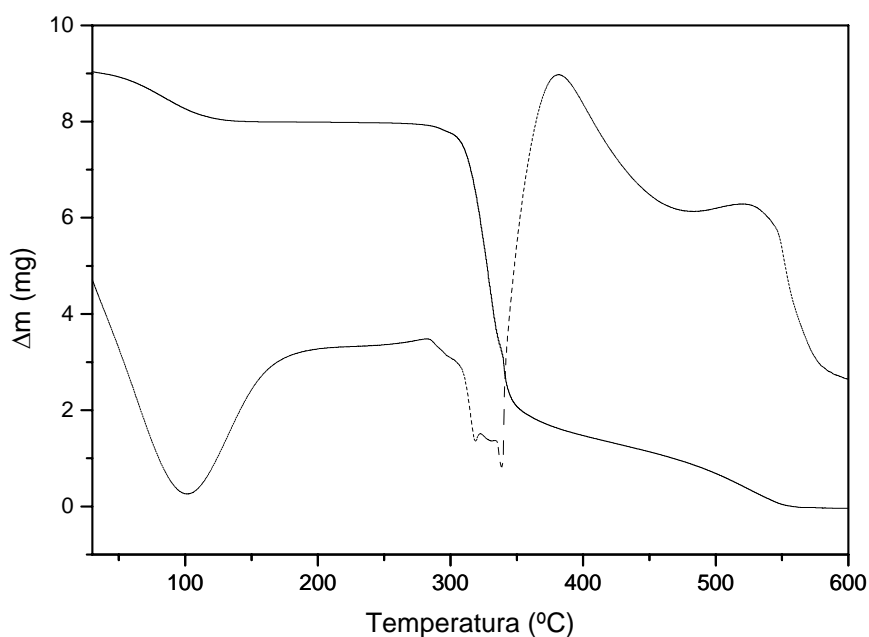


Figura 14: Curvas TG (—) e DTA (---) de amido nativo de mandioquinha salsa.

A massa inicial da amostra de amido nativo de mandioquinha salsa foi de 9,0 mg. A primeira perda de massa ocorre entre 30 e 198,1 °C, associada ao pico endotérmico a 100,9 °C e é atribuída à desidratação de 11,1%.

A decomposição térmica do amido anidro ocorre em duas etapas consecutivas entre 285,8-473 °C e 473 °C-546 °C, associadas aos picos endotérmicos a 300 °C; 322 °C e 339,4 °C e aos picos exotérmicos em 381,2°C e 528,4°C, com perdas de massa correspondentes a 78,3% e 10,2%, respectivamente. Um resíduo de 0,4% é obtido do amido nativo de mandioquinha salsa.

5.2.4.2 DSC

As características termoanalíticas de gelatinização de amido nativo de mandioca salsa apresentaram T_o de 47,9 °C, T_p de 58,6 °C e ΔH de 10,8 J g⁻¹, conforme Figura 15.

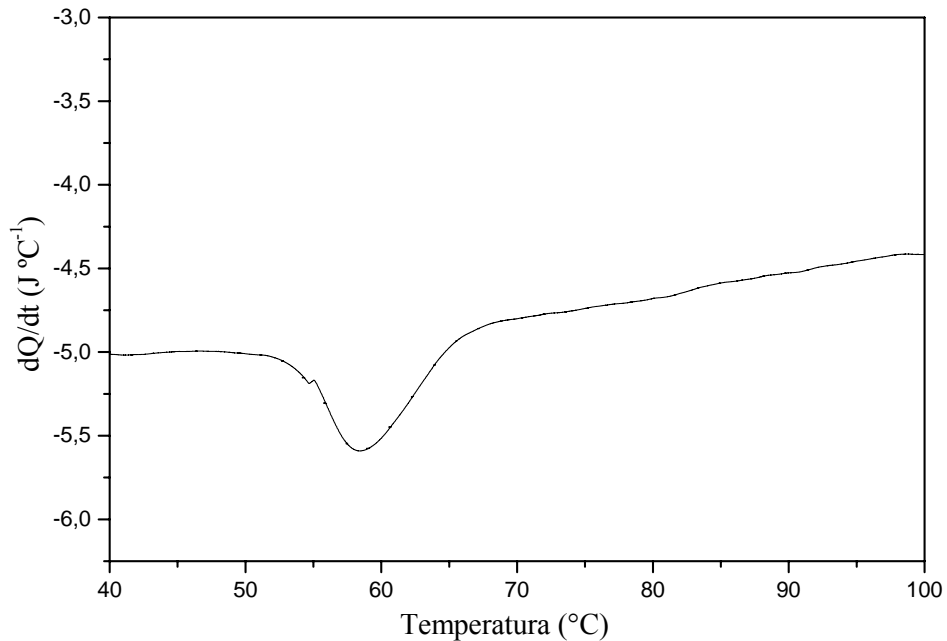


Figura 15: Curva DSC de amido nativo de mandioca salsa.

A diluição inicial do amido nativo de mandioca salsa foi realizada com 6,5 mg do amido.

Os valores da T_o de 53,8 °C \pm 0,1; T_p de 60,1 °C \pm 0,1 e ΔH 17,6 J g⁻¹ \pm 0,3 do amido nativo de mandioca salsa, foram encontrados por Santacruz *et al.* (2002), utilizando uma razão de aquecimento de 10 °C min⁻¹ e uma suspensão 1: 3 de amido: água, pesados diretamente no cadinho, sem tempo de equilíbrio.

5.2.4.3 Teor de amilose aparente e total

Para o amido nativo de mandioca salsa, o valor de amilose aparente foi de 18,4 % e amilose total de 18,0 %. Vieira (2004) encontrou valores de 17,2 % \pm 1,5 para teor de amilose aparente.

Na tabela 9, 10 e 11 observa-se os resultados obtidos para amidos nativos de tuberosas, das curvas TG/DTA, DSC e teor de amilose aparente, amilose total, amilopectina e amilose complexada com lipídios.

TABELA 9: RESULTADOS OBTIDOS DAS CURVAS TG E DTA DE AMIDOS NATIVOS DE TUBEROSAS

Amidos	Resíduos (%)	Perdas de massa (%)		
		1° perda (H ₂ O)	2° perda	3° perda
Batata	0,4	14,6	72,8	12,2
Batata doce	0,4	9,7	80,2	19,7
Mandioca	0,3	11,8	79,1	8,8
Mand. salsa	0,4	11,1	78,3	10,2

TABELA 10: TEMPERATURAS DE GELATINIZAÇÃO OBSERVADAS NAS CURVAS DSC DE AMIDOS NATIVOS DE TUBEROSAS

Amidos	$\Delta H(J g^{-1})$	Tonset (°C)	Tpico (°C)
Batata	8,2	56,4	63,7
Batata doce	1,8	65,5	69,9
Mandioca	9,5	56,0	64,7
Mand. salsa	10,8	47,9	58,35

TABELA 11: VALORES DE AMILOSE APARENTE, AMILOSE TOTAL, AMILOPECTINA E AMILOSE COMPLEXADA COM LIPÍDOS

Tuberosas	AM aparente (g%)	AM total (g%)	AP (g%)	ACL (g%)
Batata	24,2	32,1	67,9	7,9
Batata doce	20,6	21,3	78,7	0,7
Mandioca	17,3	17,0	83,8	0,0
Mand. salsa	18,4	18,0	81,6	0,0

5.3 CEREAIS

5.3.1 MILHO REGULAR

5.3.1.1 TG e DTA

As curvas TG/DTA do amido nativo de milho regular, Figura 16, mostram perdas de massa em três etapas, associadas aos eventos endo e exotérmicos, entre as temperaturas de 30-559°C.

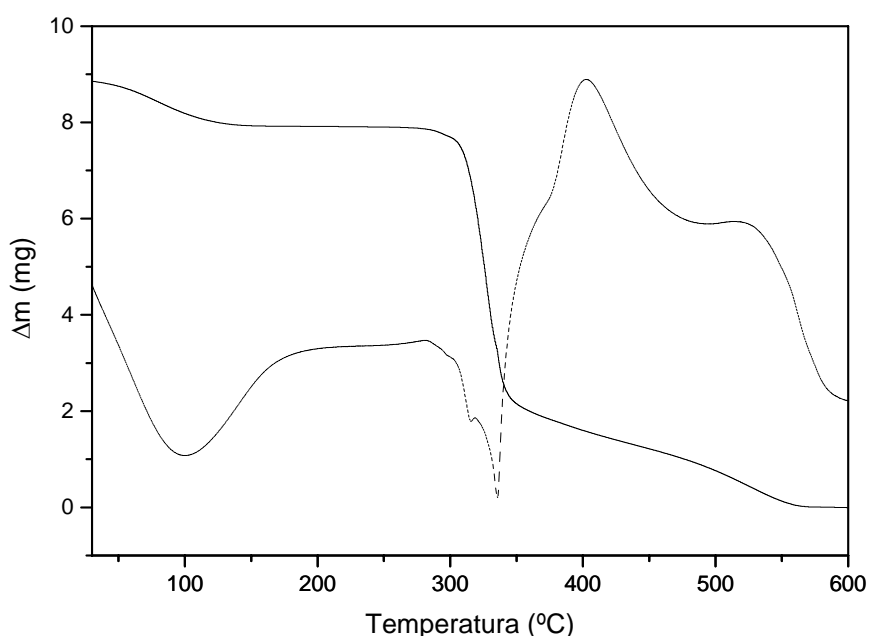


Figura 16: Curvas TG (—) e DTA (---) de amido nativo de milho regular.

A massa inicial da amostra de amido nativo de milho regular foi de 8,8 mg. A primeira perda de massa ocorre entre 30 e 196 °C, associada ao pico endotérmico a 100 °C e é atribuída à desidratação de 10,2%.

A decomposição térmica do amido anidro ocorre em duas etapas consecutivas entre 287,4-485 °C e 485 °C-546 °C, associadas aos picos endotérmicos a 314,6 °C e 335,4 °C e aos picos exotérmicos em 402,3 °C e 514,8 °C, com perdas de massa correspondentes a 79,0 % e 10,4%, respectivamente. Um resíduo de 0,4% é obtido do amido nativo de milho regular.

Para o amido de milho regular, Guinesi *et al.*(2006) encontraram a principal perda de massa de 67,5 %, utilizando cadinho de platina, mas numa atmosfera de nitrogênio, a uma vazão de 20mL min⁻¹ e razão de aquecimento de 10°C min⁻¹.

5.3.1.2 DSC

As características termoanalíticas de gelatinização do amido nativo de milho regular foram de T_o de 60,0 °C, T_p de 68,8 °C e ΔH de 7,2 J g⁻¹, conforme Figura 17.

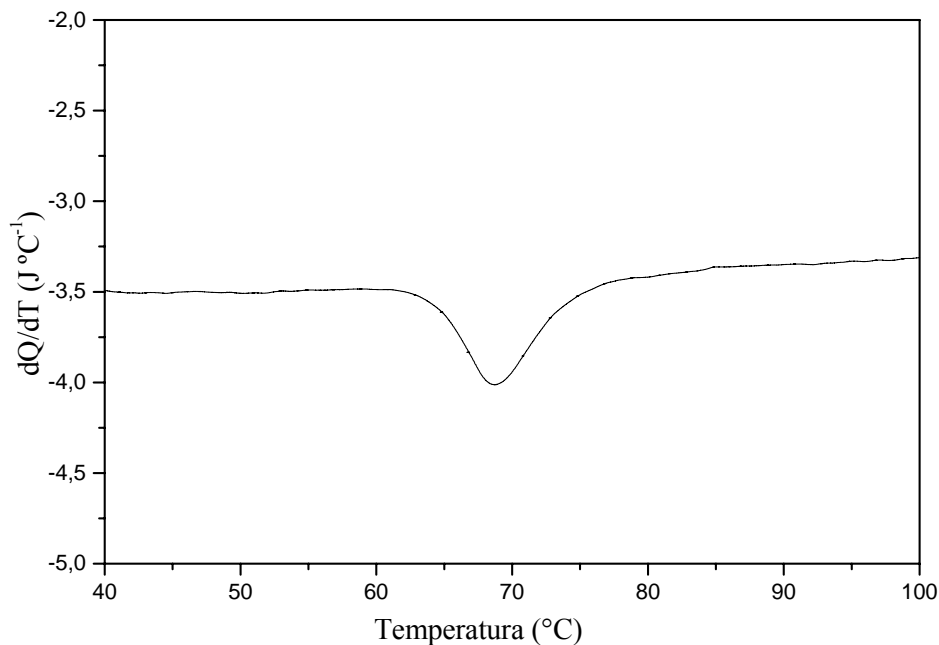


Figura 17: Curva DSC de amido nativo de milho regular.

A diluição inicial do amido nativo de milho regular foi realizada com 6,9 mg do amido.

Os valores encontrados para o amido de milho estão semelhantes aos de Liu *et al.* (2006), numa umidade de 52,2% ($T_o=68,4\ ^\circ C$; $T_p= 72,2\ ^\circ C$ e $\Delta H=7,54\ J\ g^{-1}$), acrescentando água diretamente no cadinho e deixando em equilíbrio por 24 horas a temperatura ambiente. A análise foi realizada numa razão de aquecimento de 5 $^\circ C\ min^{-1}$, mas numa atmosfera de

nitrogênio, que não pode ser comparada à atmosfera de ar sintético. Lacerda *et al.* (2007) encontrou T_0 de 60,0 °C, T_p de 66,0 °C e ΔH de 10 J g⁻¹, utilizando as mesmas condições deste experimento.

5.3.1.3 Teor de amilose aparente e total

O teor de amilose aparente do amido nativo de milho regular foi de 18,4% e o de amilose total de 30,7%.

Morrison e Laignelet (1983) encontraram valores de amilose aparente de amido de milho nativo de 21,4%, e o teor de amilose total foi de 27,5%. Enquanto Gérard *et al.* (2001) encontraram valores de amilose total entre 24,0-34,0% utilizando diferentes metodologias. Estas diferenças devem-se às diferentes metodologias empregadas e à idade e variedade das plantas das quais foram extraídos os amidos (PERONI; ROCHA; FRANCO, 2006).

5.3.2 MILHO CEROSO

5.3.2.1 TG e DTA

As curvas TG/DTA do amido nativo de milho ceroso, Figura 18, mostram perdas de massa em três etapas, associadas aos eventos endo e exotérmicos, entre as temperaturas de 30-551°C.

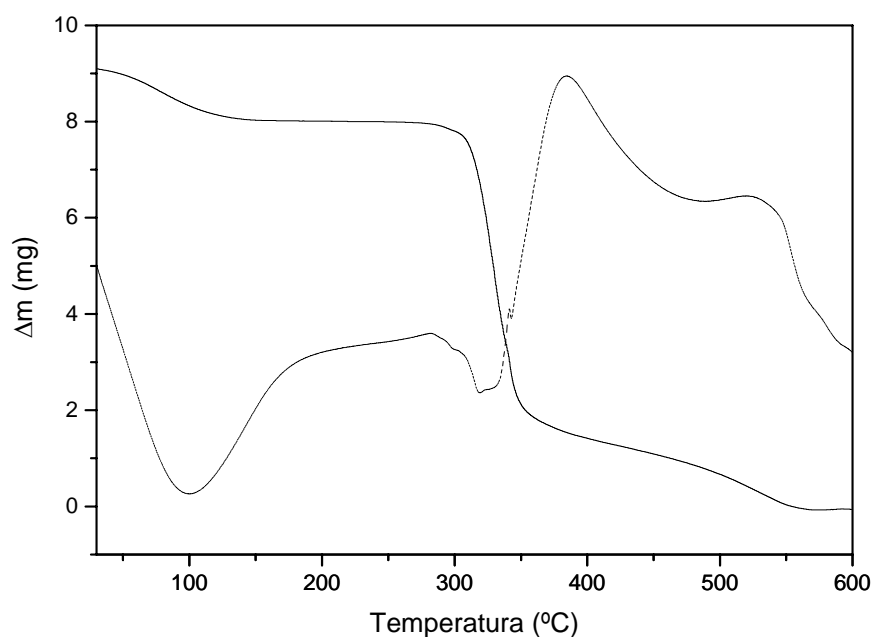


Figura 18: Curvas TG (—) e DTA (---) de amido nativo de milho ceroso.

A massa inicial da amostra de amido nativo de milho ceroso foi de 9,1 mg. A primeira perda de massa ocorre entre 30 e 198,1 °C, associada ao pico endotérmico a 100 °C e é atribuída à desidratação de 11,1%.

A decomposição térmica do amido anidro ocorre em duas etapas consecutivas entre 291,2-490 °C e 490 °C-546 °C, associadas aos picos endotérmicos a 320,4 °C 340 °C e aos picos exotérmicos em 385°C e 528,4°C, com perdas de massa correspondentes a 81,1% e 7,4%, respectivamente. Um resíduo de 0,4% é obtido do amido nativo de milho ceroso.

5.3.2.2 DSC

As características termoanalíticas de gelatinização do amido nativo de milho ceroso apresentaram T_o de 62,3 °C, T_p de 70,9 °C e ΔH de 6,9J g⁻¹, conforme Figura 19.

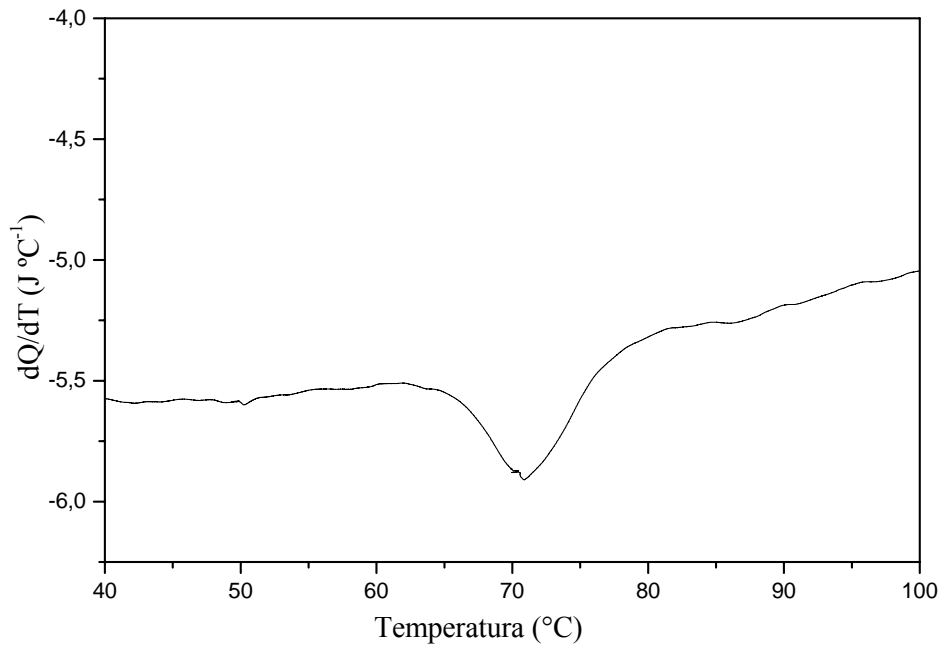


Figura 19: Curva DSC de amido de milho ceroso.

A diluição inicial do amido nativo de milho ceroso foi realizada com 7,6 mg da amostra.

Altay e Gunasekaran (2006), analisando amido nativo de milho ceroso secos a 70 °C, obtiveram T_o de 67,2 °C $\pm 0,1$, T_p de 71,8 °C $\pm 0,4$ e ΔH de 11,2 J g⁻¹ $\pm 0,7$, utilizando condições de umidade de 50% , suspensão formada diretamente no cadinho de alumínio, com tempo de equilíbrio de 12-24 horas e razão de aquecimento de 5 °C min⁻¹. Além das diferentes condições do experimento (Yu e Christie, 2001), a entalpia variou também devido ao teor maior de umidade, pois, como descrito por Liu *et al.*(2006), a entalpia de gelatinização aumenta com o teor de água.

5.3.2.3 Teor de amilose aparente e total

O milho ceroso, com níveis muito baixos de amilose, apresenta, principalmente, moléculas de amilopectina.

5.3.3 TRIGO

5.3.3.1 TG e DTA

As curvas TG e DTA do amido nativo de trigo, Figura 20, mostram perdas de massa em três etapas, associadas aos eventos endo e exotérmicos, entre as temperaturas de 30-546°C.

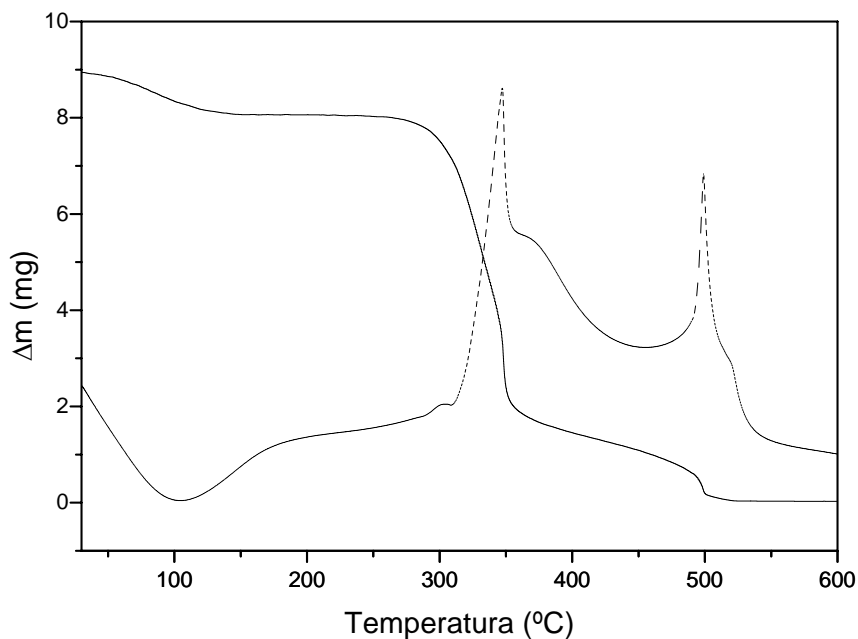


Figura 20: Curvas TG (—) e DTA (---) de amido nativo de trigo.

A massa inicial da amostra de amido nativo de trigo foi de 8,9 mg. A primeira perda de massa ocorre entre 30 e 145,8 °C, associada ao pico endotérmico a 100 °C e é atribuída à desidratação de 10,1 %.

A decomposição térmica do amido anidro ocorre em duas etapas consecutivas entre 280-458 °C e 458-519 °C, associadas aos picos exotérmicos em 346,9 °C e 499,8 °C, com perdas de massa correspondentes a 78,6% e 10,9%, respectivamente. Um resíduo de 0,4% é obtido do amido nativo de trigo.

5.3.3.2 DSC

As características termoanalíticas de gelatinização do amido nativo de trigo apresentaram T_o de 51,6°C, T_p de 58,1°C e ΔH de 3,6 J g⁻¹, conforme apresentado na Figura 21.

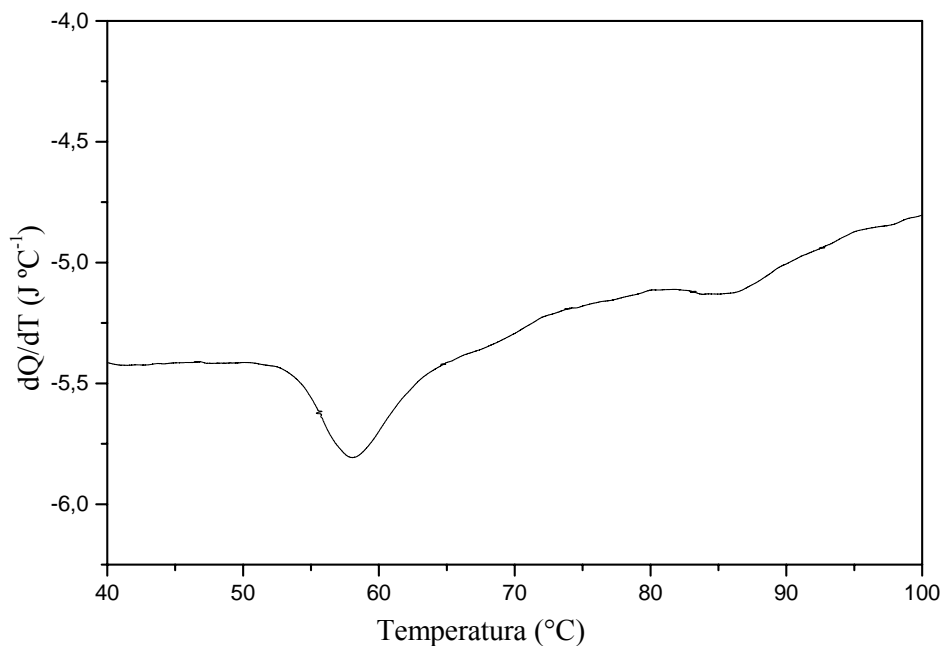


Figura 21: Curva DSC de amido nativo de trigo.

A diluição inicial do amido nativo de trigo foi realizada com 7,0 mg da amostra.

Estes valores foram próximos aos encontrados por Addo *et al.* (2001), de temperatura *onset* de 56,7 °C, temperatura de pico de 61,2 °C e ΔH de 4,04 J g⁻¹, que utilizaram suspensão de 5mg de amido em 10µL de água num cadinho de alumínio, deixando equilibrar por 1 hora. A razão de aquecimento foi de 10 °C min⁻¹. Outros autores como Kohyama *et al.*(2004) encontraram valores maiores para o ΔH (9,78-11,46 J g⁻¹) e menores para as temperaturas de gelatinização (T_o = 44,2 °C e T_p = 51,6 °C), mas utilizando uma suspensão de 5 mg de amido em 45 mg de água, pesados num cadinho de prata. Um cadinho contendo 45 mg de água foi usado como referência e a razão de aquecimento foi de 1,0 °C min⁻¹.

Uma segunda endoterma existe a 86,0 °C. Esta endoterma tardia ocorre devido à fusão de cristais de amido solvatados incompletamente ou, como relatado mais recentemente, a transição das hélices duplas de amilopectina (Vermeulen *et al.*, 2005). Yoo e Jane (2002) referem esta segunda endoterma como um pico de fusão do complexo lipídio-amilose.

De acordo com trabalho de Yonemoto (2006), que separou os grânulos de trigo de acordo com seus diâmetros em grânulos grandes (> 15 µm) e grânulos pequenos (≤ 10 µm); os grânulos pequenos, por apresentarem maior área superficial, apresentam maior temperatura de gelatinização, o que sugere outra explicação para a segunda endoterma na curva DSC.

5.3.3.3 Teor de amilose aparente e total

Os teores de amilose aparente e total de amido nativo de trigo foram de 20,2 e 33,2 %, respectivamente, em base seca.

Fredriksson *et al.* (1997), estudando amido de trigo nativo, encontrou valor de amilose aparente de 20,4%, compatível com o encontrado neste trabalho.

O valor de amilose total encontrado está de acordo com aqueles encontrados por Yoo e Jane (2002), de 33,4% ±0,7.

Nas tabelas 12 e 13 e 14 observa-se os resultados obtidos para amidos nativos de cereais, das curvas TG/DTA, DSC e teores de amilose aparente, amilose total, amilopectina e amilose complexada com lipídios, respectivamente.

TABELA 12: RESULTADOS OBTIDOS DAS CURVAS TG E DTA DE AMIDOS NATIVOS DE CEREAIS

Amidos	Resíduos (%)	Perdas de massa (%)		
		1° perda (H2O)	2° perda	3° perda
Milho regular	0,4	10,2	79,0	10,4
Milho ceroso	0,4	11,1	81,1	7,4
Trigo	0,4	10,1	78,6	10,9

TABELA 13: TEMPERATURAS DE GELATINIZAÇÃO OBSERVADAS NAS CURVAS DSC DE AMIDOS NATIVOS DE CEREAIS

Amidos	$\Delta H(J g^{-1})$	Tonset (°C)	Tpico (°C)
Milho regular	7,2	60,0	68,8
Milho ceroso	6,9	62,3	70,9
Trigo	3,6	51,6	58,1

TABELA 14: VALORES DE AMIOSE APARENTE, AMIOSE TOTAL, AMILOPECTINA E AMIOSE COMPLEXADA COM LIPÍDOS

Cereais	AM aparente (g%)	AM total (g%)	AP (g%)	ACI (g%)
Milho regular	18,4	30,7	69,3	12,3
Milho ceroso	0,0	0,0	100,0	0,0
Trigo	20,2	33,2	66,8	13,0

5.4 SEMENTES DE ÁRVORES

5.4.1 AMIDO DE CASTANHA EUROPÉIA

5.4.1.1 TG e DTA

As curvas TG/DTA do amido nativo de castanha européia, Figura 22, mostram perdas de massa em três etapas, associadas aos eventos endo e exotérmicos, entre as temperaturas de 30-545 °C.

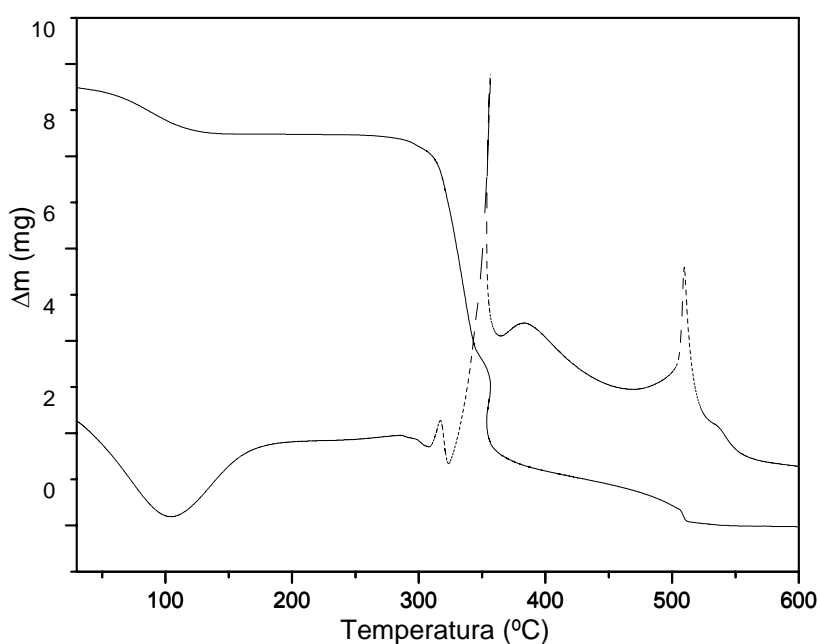


Figura 22: Curvas TG (—) e DTA (---) de amido nativo de castanha européia.

A massa inicial da amostra de amido nativo de castanha européia foi de 9,5 mg. A primeira perda de massa ocorre entre 30 e 125 °C, associada ao pico endotérmico a 102,6 °C e é atribuída à desidratação de 10,5%.

A decomposição térmica do amido anidro ocorre em duas etapas consecutivas entre 289,1-472 °C e 472-545 °C, associadas aos picos endotérmicos a 306 °C e 324 °C e aos picos exotérmicos em 385 °C e 528 °C, com perdas de massa correspondentes a 82,1% e 6,9%, respectivamente. Um resíduo de 0,5% é obtido do amido nativo de castanha européia.

5.4.1.2 DSC

Quanto às características termoanalíticas de gelatinização, o amido nativo de castanha europeia apresentou uma T_o de 58,6 °C, T_p de 66,7°C e ΔH de 15,0 J g⁻¹, conforme apresentado na Figura 23.

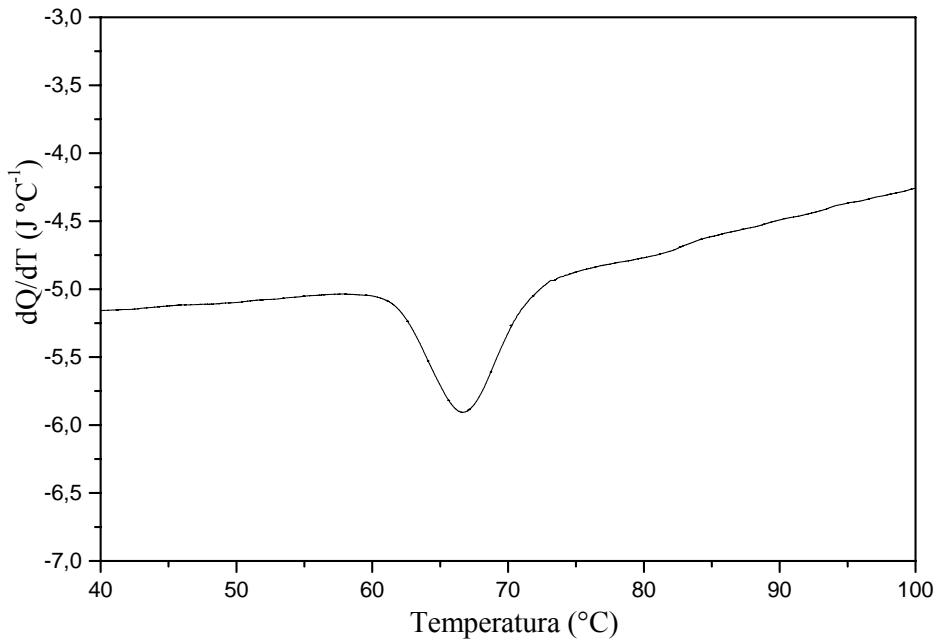


Figura 23: Curva DSC de amido nativo de castanha europeia.

A diluição inicial do amido nativo de castanha europeia foi realizada com 6,6 mg da amostra.

Attanasio *et al.* (2004), encontraram valores de ΔH de 222,2 J g⁻¹, estudando castanha europeia dessecada a 40°C e reidratada no vapor, obtendo um teor de umidade de 30%.

5.4.1.3 Teor de amilose aparente e total

O conteúdo de amilose aparente de amido nativo de castanha europeia foi de 21,3% e o de amilose total de 27,8% em base seca. Demiate, Oetterer e Wosiacki (2001) encontraram o valor de 21,5% para o teor de amilose.

5.4.2 PINHÃO

5.4.2.1 TG e DTA

As curvas TG/DTA do amido nativo de pinhão, Figura 24, mostram perdas de massa em três etapas, associadas aos eventos endo e exotérmicos, entre as temperaturas de 30-542°C.

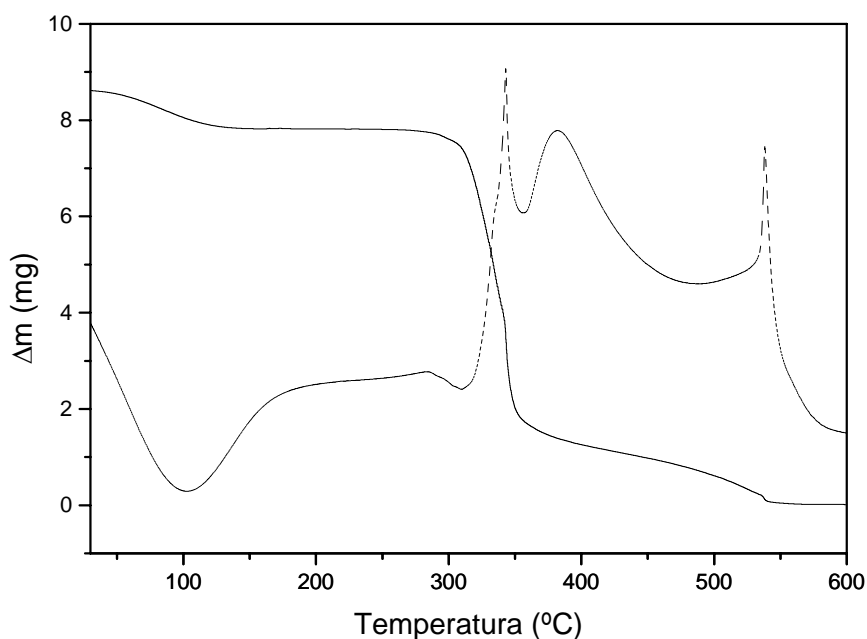


Figura 24: Curvas TG (—) e DTA (---) de amido nativo de pinhão.

A massa inicial da amostra de amido nativo de pinhão foi de 8,6 mg. A primeira perda de massa ocorre entre 30 e 131 °C, associada ao pico endotérmico a 102,6 °C e é atribuída à desidratação de 9,3%.

A decomposição térmica do amido anidro ocorre em duas etapas consecutivas entre 287,4-465 °C e 465-541,6 °C, associadas ao pico endotérmico a 308,9 °C e aos picos exotérmicos em 343,2 °C; 381,2 °C e 537,9 °C, com perdas de massa correspondentes a 79,6% e 10,7%, respectivamente. Um resíduo de 0,4% é obtido do amido nativo de pinhão.

5.4.2.2 DSC

As características termoanalíticas de gelatinização do amido nativo de pinhão apresentaram uma T_o de 46,1 °C, T_p de 50,8 °C e ΔH de 2,4 J g⁻¹, conforme apresentado na Figura 25.

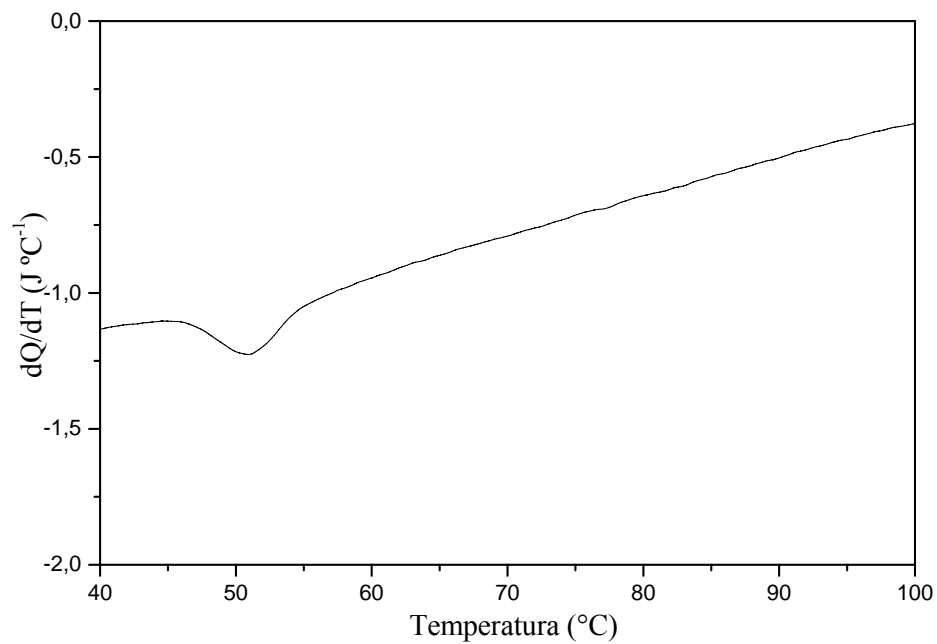


Figura 25: Curva DSC de amido nativo de pinhão.

A diluição inicial do amido nativo de pinhão foi realizada com 5,4 mg da amostra.

Estes valores diferem bastante daqueles encontrados por Bello-Perez *et al.*(2006) de temperatura de pico de 63,4 °C \pm 0,4 °C e ΔH de 8,0 \pm 0,5 J g⁻¹, que pesaram 2 mg de amido e 7 μ L de água diretamente no cadinho de alumínio, deixado em repouso por uma hora. A razão de aquecimento foi de 10 °C min⁻¹.

5.4.2.3 Teor de amilose aparente e total

O conteúdo de amilose aparente foi de 25,6%, e o de amilose total de 25,3%, valores de amilose aparente compatíveis com os encontrados por Stahl *et al.* (2007) de 23,54±1,74% , Bello-Pérez *et al.* (2006) de 25,0 ±0,6% e Wosiacki e Cereda (1985) de 22,25%.

Nas tabelas 15, 16 e 17 observa-se os resultados obtidos para amidos nativos de sementes de árvores, das curvas TG/DTA, DSC e teores de amilose aparente, amilose total, amilopectina e amilose complexada com lipídios, respectivamente.

TABELA 15: RESULTADOS OBTIDOS DAS CURVAS TG E DTA DE AMIDOS NATIVOS DE SEMENTES DE ÁRVORES

Amido	Resíduos (%)	Perdas de massa (%)		
		1° perda (H ₂ O)	2° perda	3° perda
Castanha eur.	0,5	10,5	82,1	6,9
Pinhão	0,4	9,3	79,6	10,7

TABELA 16: TEMPERATURAS DE GELATINIZAÇÃO OBSERVADAS NAS CURVAS DSC DE AMIDOS NATIVOS DE SEMENTES DE ÁRVORES

Amidos	$\Delta H(J g^{-1})$	Tonset (°C)	Tpico (°C)
Castanha eur.	15,0	58,6	66,7
Pinhão	2,4	46,1	50,8

TABELA 17: VALORES DE AMILOSE APARENTE, AMILOSE TOTAL, AMILOPECTINA E AMILOSE COMPLEXADA COM LIPÍDIOS

Sementes de árvores	AM aparente (g%)	AM total (g%)	AP (g%)	ACL (g%)
Castanha européia	21,3	27,8	72,2	6,5
Pinhão	25,6	25,3	74,4	0,0

5.5 LEGUMINOSAS

5.5.1 ERVILHA

5.5.1.1 TG e DTA

As curvas TG/DTA do amido nativo de ervilha, Figura 26, mostram perdas de massa em três etapas, associadas aos eventos endo e exotérmicos, entre as temperaturas de 30-534°C.

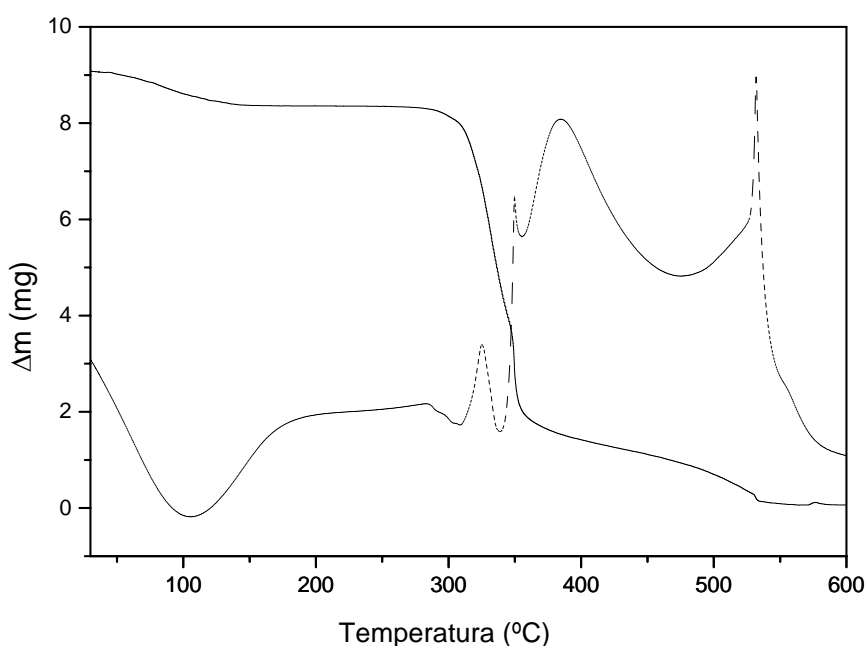


Figura 26: Curvas TG (—) e DTA (---) de amido nativo de ervilha.

A massa inicial da amostra de amido nativo de ervilha foi de 9,0 mg. A primeira perda de massa ocorre entre 30 e 158 °C, associada ao pico endotérmico a 106,3 °C e é atribuída à desidratação de 7,8%.

A decomposição térmica do amido anidro ocorre em duas etapas consecutivas entre 278,3-474 °C e 474-534 °C, associadas aos picos endotérmicos a 306,8 °C e 339,4 °C e aos picos exotérmicos em 348,9 °C; 385,3 °C e 532,1 °C, com perdas de massa correspondentes a 81,7% e 10,2%, respectivamente. Um resíduo de 0,3% é obtido do amido nativo de ervilha.

5.5.1.2 DSC

As características térmicas de gelatinização do amido nativo de ervilha foram uma T_o de 46,5 °C, T_p de 65,1 °C e ΔH de 6,7 J g⁻¹, conforme apresentado na Figura 27.

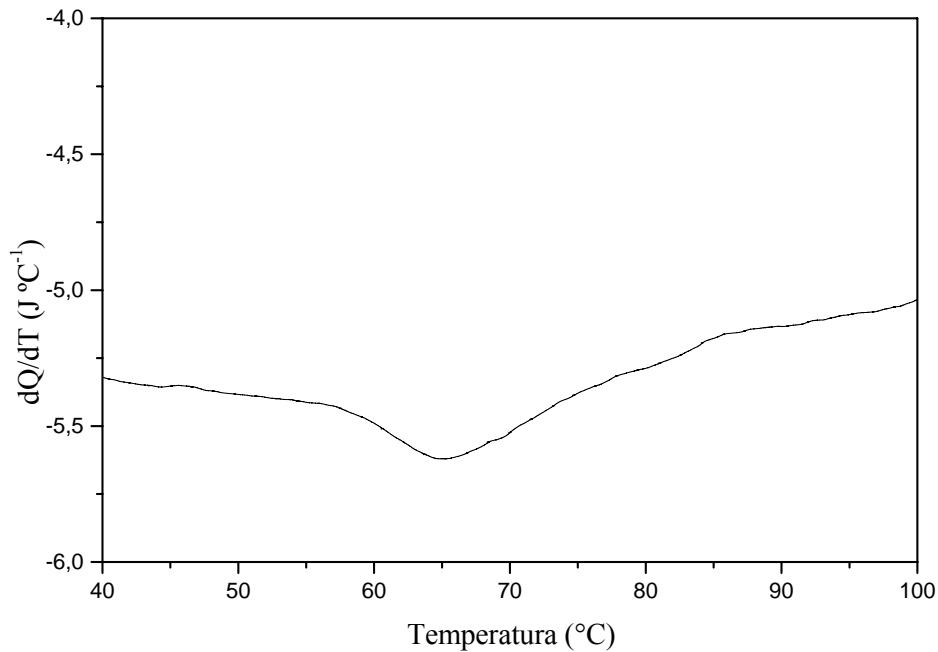


Figura 27: Curva DSC de amido nativo de ervilha.

A diluição inicial do amido nativo de ervilha foi realizada com 6,3 mg da amostra.

Apresentou temperaturas de gelatinização semelhantes às encontradas por Huang *et al.* (2006) para estudo das propriedades térmicas do amido de ervilha amarela (T_o = 58,2°C, T_p = 65,1°C), que utilizaram uma suspensão de 10mg de amido em 40-50mg de água destilada, equilibrados por 5 minutos a 10 °C e analisados numa razão de aquecimento de 10°C min⁻¹. Estas diferentes condições do experimento explicam a diferença no valor de ΔH , que para Huang *et al.* (2006) foi de 16,1 J g⁻¹, numa maior condição de umidade, como descrito por Liu *et al.* (2006), onde o ΔH aumenta com o teor de umidade.

5.5.1.3 Teor de amilose aparente e total

Os teores de amilose aparente e total de amido nativo de ervilha foram de 43,3 e 43,7%, respectivamente. Hoover e Manuel (1996), analisando o conteúdo de amilose aparente e total de legumes, encontraram valores para ervilha do campo Express de 39,87 % \pm 0,8 para amilose aparente e 43,3 % \pm 0,5 para amilose total.

5.5.2 AMIDO DE FEIJÃO

5.5.2.1 TG e DTA

As curvas TG/DTA do amido nativo de feijão, Figura 28, mostram perdas de massa em três etapas, associadas aos eventos endo e exotérmicos, entre as temperaturas de 30-557°C.

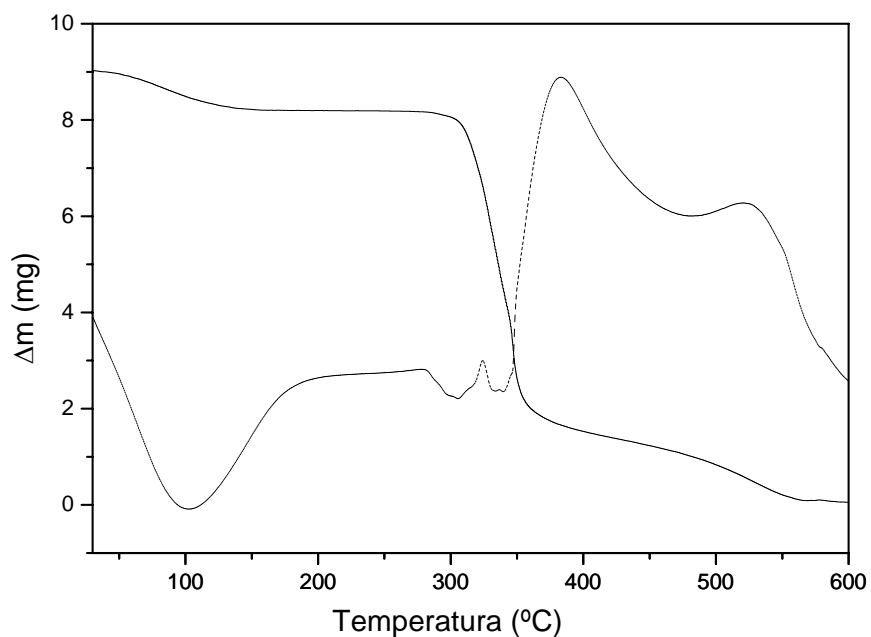


Figura 28: Curvas TG (—) e DTA (---) de amido nativo de feijão.

A massa inicial da amostra de amido nativo de feijão foi de 9,0 mg. A primeira perda de massa ocorre entre 30 e 127 °C, associada ao pico endotérmico a 102,6 °C e é atribuída à desidratação de 9,1%.

A decomposição térmica do amido anidro ocorre em duas etapas consecutivas entre 287,4- 451 °C e 451- 556,9 °C, associadas aos picos endotérmicos a 305 °C e 335 °C e aos picos exotérmicos em 381,2 °C e 518,8 °C, com perdas de massa correspondentes a 79,8% e 10,8%, respectivamente. Um resíduo de 0,3% é obtido do amido nativo de feijão.

5.5.2.2 DSC

As características térmicas de gelatinização do amido nativo de feijão foram de T_o de 62,0 °C, T_p de 70,0 °C, e o ΔH de 3,4 J g⁻¹, conforme Figura 29.

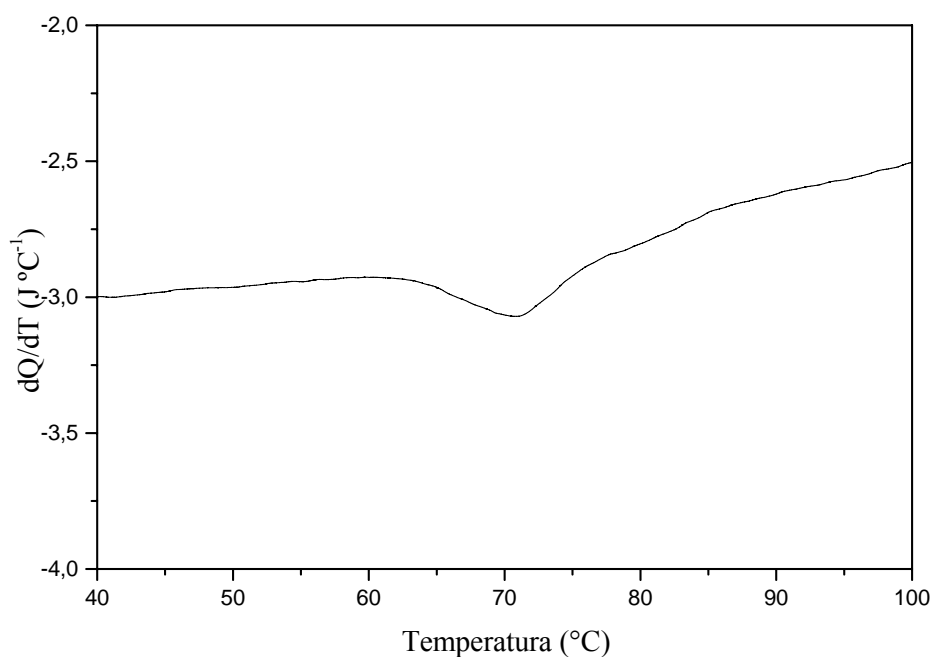


Figura 29: Curva DSC de amido nativo de feijão.

A diluição inicial do amido nativo de feijão foi realizada com 6,9 mg da amostra.

Hoover e Ratnayake (2002), analisando amidos de feijão preto de três espécies diferentes (Nightthawk, Midnight e UI 906), encontraram valores de T_o e de T_p muito próximas (T_o entre 62,0±0,5-66,9±0,5 °C, T_p entre 69,9±0,8-76,5±0,5 °C). O valor encontrado de ΔH , entre 12,1±0,3-12,9±0,4 J g⁻¹, diferiu bastante, devido às diferentes condições do experimento, como suspensão formada (11µL água: 3,0 mg amido), equilíbrio água: amido dentro do próprio cadinho por 2 horas e razão de aquecimento de 10 °C min⁻¹.

5.5.2.3 Teor de amilose aparente e total

Os teores de amilose aparente e total de amido nativo de feijão foram de 40,8 e 42,6%; em base seca, respectivamente. Hoover e Manuel (1996) encontraram valores de amilose aparente e total para amido de feijão preto de $35,7 \pm 1,2$ e $41,2 \pm 1,1\%$.

5.5.3 AMIDO DE LENTILHA

5.5.3.1 TG e DTA

As curvas TG/DTA do amido nativo de lentilha, Figura 30, mostram perdas de massa em três etapas, associadas aos eventos endo e exotérmicos, entre as temperaturas de 30-537,9°C.

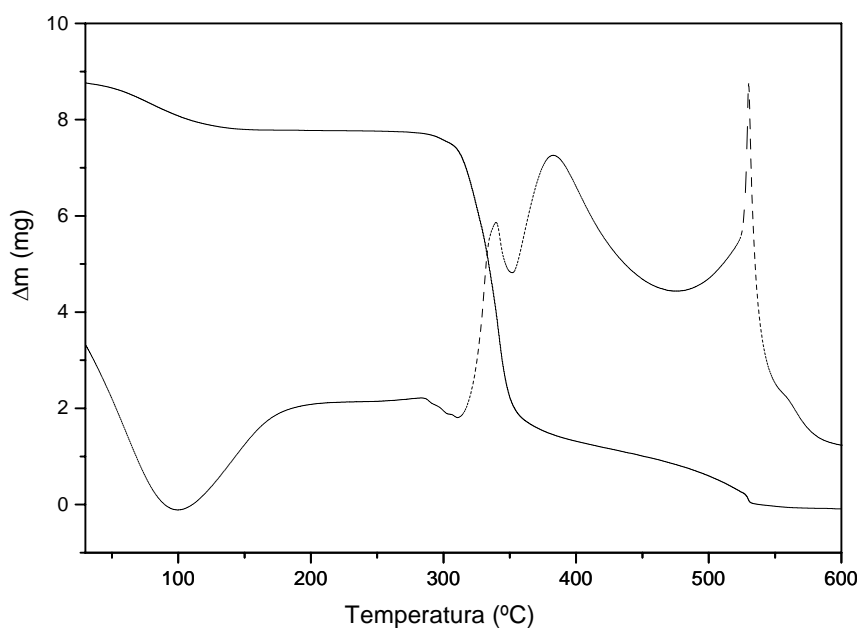


Figura 30: Curvas TG (—) e DTA (---) de amido nativo de lentilha.

A massa inicial da amostra de amido nativo de lentilha foi de 8,7 mg. A primeira perda de massa ocorre entre 30 e 131°C, associada ao pico endotérmico a 100 °C e é atribuída à desidratação de 11,4%.

A decomposição térmica do amido anidro ocorre em duas etapas consecutivas entre 276,2-470 °C e 470-537,9 °C, associadas ao pico endotérmico a 310,6 °C e aos picos exotérmicos em 339,4 °C, 383,3 °C e 530,38 °C com perdas de massa correspondentes a 78,5% e 9,7 %, respectivamente. Um resíduo de 0,4% é obtido do amido nativo de lentilha.

5.5.3.2 DSC

As características termoanalíticas de gelatinização do amido nativo de lentilha apresentaram T_o de 57,2 °C, T_p de 67,9 °C e ΔH de 8,1 J g⁻¹, conforme Figura 31.

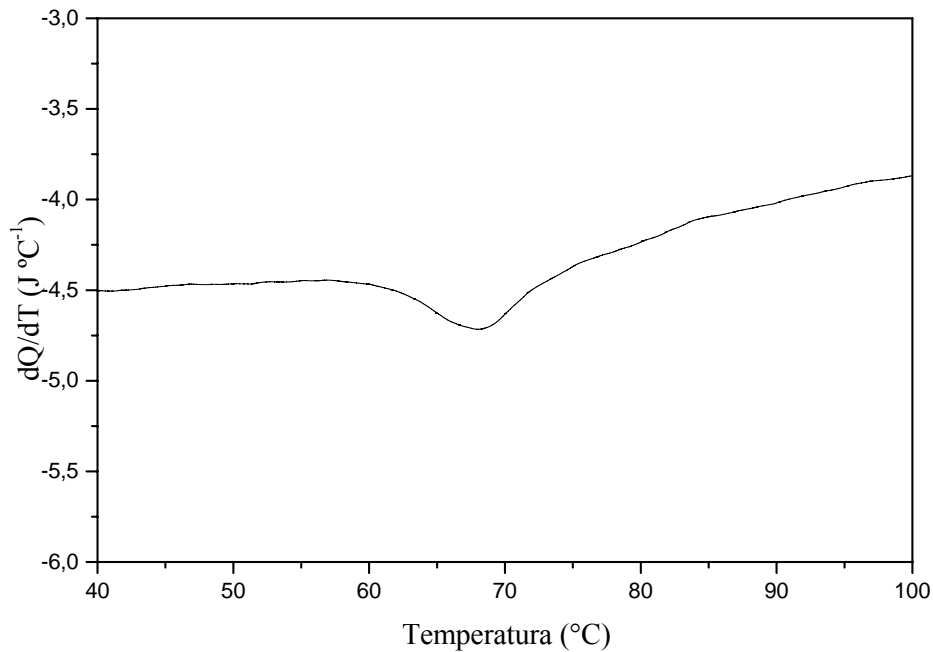


Figura 31: Curva DSC de amido nativo de lentilha.

A diluição inicial do amido nativo de lentilha foi realizada com 6,7 mg da amostra.

Com relação a estes valores, Hoover e Ratnayake (2002) encontraram outros muito próximos a este experimento, estudando lentilhas Milestone e Glamis, com T_o entre 60,7 °C±0,5-63,0°C±0,5 e T_p entre 66,1 °C±0,9-69,6 °C±0,7. As diferentes condições do experimento explicam a diferença no valor de ΔH , entre 12,6 J g⁻¹±0,4-13,3 J g⁻¹±0,4.

5.5.3.3 Teor de amilose aparente e total

O valor da amilose aparente e total para o amido nativo de lentilha foi de 39,7% e 42,2%; respectivamente; enquanto Hoover e Manue l(1996) encontraram valores para lentilhas Eston de 35,6 % \pm 1,1 para amilose aparente e 37,8 % \pm 0,6 para amilose total.

Nas tabelas 18, 19 e 20, observa-se os resultados obtidos para amidos nativos de leguminosas, das curvas TG/DTA, DSC e teores de amilose aparente, amilose total, amilopectina e amilose complexada com lipídios, respectivamente.

TABELA 18: RESULTADOS OBTIDOS DAS CURVAS TG E DTA DE AMIDOS NATIVOS DE LEGUMINOSAS

Amido	Resíduos (%)	Perdas de massa (%)		
		1° perda (H ₂ O)	2° perda	3° perda
Ervilha	0,3	7,8	81,7	10,2
Feijão	0,3	9,1	79,8	10,8
Lentilha	0,4	11,4	78,5	9,7

TABELA 19: TEMPERATURAS DE GELATINIZAÇÃO OBSERVADAS NAS CURVAS DSC DE AMIDOS NATIVOS DE LEGUMINOSAS

Amidos	$\Delta H(J g^{-1})$	Tonset (°C)	Tpico (°C)
Ervilha	6,7	46,5	65,1
Feijão	3,4	62,0	70,0
Lentilha	8,1	57,2	67,9

TABELA 20: RESULTADOS DE TEORES DE AMILOSE APARENTE, TOTAL, AMILOPECTINA E DE AMILOSE COMPLEXADA COM LIPÍDIOS

Leguminosas	AM aparente (g%)	AM total (g%)	AP (g%)	ACL (g%)
Ervilha	43,3	43,7	56,3	0,4
Feijão	40,8	42,6	57,4	1,8
Lentilha	39,7	42,2	60,3	2,5

Nas análises de TG/DTG e TG/DTA, todos os amidos analisados apresentaram uma primeira degradação endotérmica referente à perda de umidade e voláteis nas amostras que ocorrem abaixo de 150°C, de acordo com SOLIMANN *et al.* (1997).

Posteriormente, os amidos sofrem uma segunda perda, predominantemente exotérmica, que equivale a maior degradação da estrutura dos amidos. AGARWALL e DOLLIMORE (1998) e GUINESI *et al.* (2006) obtiveram os mesmos resultados, apesar de utilizarem atmosfera de nitrogênio, e determinaram que esta etapa caracteriza-se por apresentar despolimerização e degradação dos amidos em um processo não-oxidativo. A terceira e última degradação detectada ocorre consecutivamente a segunda e também é exotérmica, de acordo com os mesmos autores.

Nas análises de DSC, observa-se que os ΔH freqüentemente encontram-se com valores diferentes, apesar das temperaturas de gelatinização encontradas serem muito próximas. Existem muitas explicações que justifiquem estes dados, mas, segundo Yu e Christie (2001) podemos citar o preparo das amostras (massa inicial e tempo de equilíbrio com água), tipo de cadinho utilizado e condições do experimento (razão de aquecimento). Outro fator é o teor de umidade, pois o ΔH aumenta com o conteúdo de água, segundo Liu *et al.* (2006).

Na Tabela 21, observa-se os resultados obtidos das curvas TG e DTA de todos os amidos nativos analisados.

TABELA 21: RESULTADOS OBTIDOS DAS CURVAS TG e DTA DE AMIDOS NATIVOS.

Perdas de massa (%) e Intervalo de Temperatura (°C)			
Amidos	1º perda	2º perda	3º perda
Frutos			
1. Banana	8,1 (30-124,2)	81,7 (285,8-473)	9,8 (473-545,7)
2. Maçã	13,8 (30-125,8)	74,5 (278,3-477)	11,6 (477-553,7)
Tuberosas			
3. Batata	14,6 (30-144,8)	72,8 (289,2-363)	12,2 (363-537,9)
4. Batata-doce	9,7 (30-136,9)	80,2 (263,7-451)	19,7 (451-514,8)
5. Mandioca	11,8 (30-136,9)	79,1 (285,8-478)	8,8 (478-543,6)
6. Mand. salsa	11,1(30-133,2)	78,3 (285,8-473)	10,2 (473-549,4)
Cereais			
7. Milho regular	10,2 (30-148,5)	79,0 (287,4-485)	10,4 (485-558,9)
8. Milho ceroso	11,1 (30-154,3)	81,1 (291,2-490)	7,4 (490-551,1)
9. Trigo	10,1 (30-135,2)	78,6 (280-458)	10,9 (458-518,8)
Sementes de árvores			
10. Castanha eur.	10,5 (30-125,7)	82,1 (289,1-472)	6,9 (472-545,3)
11. Pinhão	9,3 (30-131,1)	79,6 (287,4-465)	10,7(465-541,6)
Leguminosas			
12. Ervilha	7,8 (30-158,0)	81,7 (278,3-474)	10,2(474-534,1)
13. Feijão	9,1 (30-127,4)	79,8 (287,4-451)	10,8 (451-556,9)
14. Lentilha	11,4 (30-131,1)	78,5 (276,2-470)	9,7 (470-537,9)

Na tabela 22 observa-se as temperaturas de gelatinização observadas nas curvas DSC de todos os amidos nativos analisados.

TABELA 22: TEMPERATURAS DE GELATINIZAÇÃO OBSERVADAS NAS CURVAS DSC DE AMIDOS NATIVOS.

Amidos	ΔH (J g⁻¹)	Tonset (°C)	Tpico (°C)
Frutos			
1. Banana	7,9	61,8	66,9
2. Maçã	8,0	56,0	63,2
Tuberosas			
3. Batata	8,2	56,4	63,7
4. Batata doce	1,8	65,5	69,9
5. Mandioca	9,5	56,0	64,7
6. Mand. salsa	10,8	47,9	58,3
Cereais			
7. Milho regular	7,2	60,0	68,8
8. Milho ceroso	6,9	62,3	70,9
9. Trigo	3,6	51,6	58,1
Sementes de árvores			
10. Castanha eur.	15,0	58,6	66,7
11. Pinhão	2,4	46,1	50,8
Leguminosas			
12. Ervilha	6,7	46,5	65,1
13. Feijão	3,4	62,0	70,0
14. Lentilha	8,1	57,2	67,9

Na Tabela 23 observa-se os valores de amilose aparente, amilose total, amilopectina e de amilose complexada com lipídios de todos os amidos nativos analisados.

TABELA 23: VALORES DE AMIOLOSE APARENTE, AMIOLOSE TOTAL, AMILOPECTINA E AMIOLOSE COMPLEXADA COM LIPÍDOS DOS AMIDOS NATIVOS.

Amidos nativos	Teor de AM aparente (g%)	Teor de AM total (g%)	Teor de AP (g%)	ACL (g%)
Frutos				
1. Banana	8,3	9,0	91,0	0,7
2. Maçã	26,0	35,0	65,0	9,0
Tuberosas				
3. Batata	24,2	32,1	67,9	7,9
4. Batata doce	20,6	21,3	78,7	0,7
5. Mandioca	17,3	17,0	83,8	0,0
6. Mand. salsa	18,4	18,0	81,6	0,0
Cereais				
7. Milho regular	18,4	30,7	69,3	12,3
8. Milho ceroso	0,0	0,0	100,0	0,0
9. Trigo	20,2	33,2	66,8	13,0
Sementes de árvores				
10. Castanha européia	21,3	27,8	72,2	6,5
11. Pinhão	25,6	25,3	74,4	0,0
Leguminosas				
12. Ervilha	43,3	43,7	56,3	0,4
13. Feijão	40,8	42,6	57,4	1,8
14. Lentilha	39,7	42,2	60,3	2,5

6 CONCLUSÕES

Neste trabalho foram investigadas as características termoanalíticas de diversos amidos nativos, assim como o teor de amilose, obtendo-se as seguintes conclusões:

- Através da Termogravimetria, observou-se uma grande variação na higroscopicidade dos amidos nativos, ainda que seus grânulos tenham sido previamente dessecados. Os valores de umidade variaram entre 8,1%, para o amido nativo de banana e 14,6% para o amido nativo de batata.

- Quanto à degradação térmica, observada nas curvas termogravimétricas, as temperaturas de finalização das degradações em atmosfera de ar sintético variaram entre 514,8°C, para o amido nativo de batata doce e 558,9°C para o amido nativo de milho regular.

- Analisando a estabilidade térmica, o amido nativo de batata doce apresentou a menor temperatura de início de degradação (263,7°C), enquanto o amido nativo de milho ceroso apresentou a maior temperatura (291,2°C), sendo, respectivamente, o menos e o mais estável termicamente.

- As análises de DSC demonstram muito bem um evento importante para a indústria de alimentos: a gelatinização. Nas condições utilizadas neste trabalho para determinação das temperaturas de gelatinização, os amidos nativos que apresentaram as maiores temperaturas de pico foram os amidos nativos de milho ceroso (70,9°C) e de feijão (70,0°C).

- Analisando cada amido nativo de acordo com a classificação de sua fonte botânica, observou-se que, dentre os de frutos estudados, a maçã apresentou a menor temperatura de pico (63,2°C); dentre os de tuberosas foi a mandioquinha salsa (58,6°C), dentre os de cereais, o trigo (58,1°C), dentre os de sementes de árvores, o pinhão (50,8°C) e dentre os de leguminosas, a ervilha (65,2°C). Demonstrou-se que o amido nativo de pinhão apresentou a menor temperatura de pico dentre todas as fontes estudadas, nas mesmas condições de experimento.

- Os teores de amilose aparente e total encontrados, segundo a técnica de Hoover e Ratnayake (2001), demonstram que os amidos de leguminosas apresentam os maiores teores de amilose total de 43,3; 42,6 e 42,2%, para os amidos nativos de ervilha, feijão e lentilha, respectivamente.

- Os amidos nativos de cereais não cerosos apresentaram os maiores teores de ligação da amilose com o lipídio, de 12,3% para o de milho regular e 13,0% para o de trigo.

- Dentre os amidos nativos não-cerosos, aquele que apresenta os menores teores de amilose, o de banana, também apresentou a menor faixa de temperatura durante a primeira perda de massa (30 a 124,2°C). Por outro lado, o amido nativo que apresentou os maiores teores de amilose, o de ervilha, apresentou a maior faixa de temperatura nesta etapa (30 a 158,0°C), sugerindo que, além de desidratação, esteja ocorrendo gelatinização com a água eliminada.

- O amido de milho ceroso, com maior concentração de amilopectina e sem interferência de lipídios, apresentou a maior T_p de 70,9°C. Analisando os demais amidos

nativos que apresentaram os menores teores de amilopectina, o de pinhão, por não sofrer interferência de lipídios, apresentou a menor T_p de 50,8°C, confirmando conclusões de Zhang e Oates (1999).

7 REFERÊNCIAS

- ADDO, K.; XIONG, Y, L.; BLANCHARD, S.P. Thermal and dynamic rheological properties of wheat flour fractions. **Food Research International**, v.34, p. 329-335, 2001.
- AGARWALL, P.; DOLLIMORE, D. The effect of chemical modification on starch studied using thermal analysis, **Thermochimica Acta**, v. 324, p. 1- 8, 1998.
- AGARWALL, V.; SINGH, N.; KAMBOJ, S. S.; BRAR, P. S. Some properties of seeds and starches separated from different Indian pea cultivars, **Food Chemistry**, v. 85, p.585- 590, 2004.
- ALTAY, Filiz; GUNASEKARAN, Sundaram. Influence of Drying Temperature, Water Content, and Heating Rate on Gelatinization of Corn Starches. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 54, p. 4235-4245, 2006.
- AMORIM, J. A.; ELIZIÁRIO, S.A.; GOUVEIA, D.S.; SIMÕES, A.S.M.; SANTOS, J.C.O.; CONCEIÇÃO, M.M.; SOUZA, A.G.; TRINDADE, M.F.S. Thermal Analysis of the rice and by products. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 75, p.393-399, 2004.
- APARÍCIO-SAGUILAN, Alejandro; MENDEZ-MONTEALVO, Guadalupe; SOLORZAFERIA, Javier; BELLO-PEREZ, Luis A. Thermal and viscoelastic properties of starch gels from maize varieties **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 86, p.1078-1086, 2006.
- ARYEE, F. N. A.; ODURO, I.; ELLIS, W. O.; AFUAKWA, J. J. The physicochemical properties of flour samples from the roots of 31 varieties of cassava. **Food Control**, v. 17, p. 916- 922, 2006.
- ATTANASIO, G.; CINQUANTA, L.; ALBANESE, D.; DI MATTEO, M. Effects of drying temperatures on physico-chemical properties of dried and rehydrated chestnuts (*Castanea sativa*) **Food Chemistry**, v. 88, p.583–590, 2004.
- BECK, H.; KEVIN, K. Foods of tomorrow: Patent tracker. **Food Processing**, v. 2, n.58, 1995.
- BELEIA, A.; BUTARELO, S. S.; SILVA, R. S. F. Modeling of starch gelatinization during cooking of cassava (*Manihot esculenta* Crantz). **Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie**, v. 39, p. 399- 404, 2006.
- BELLO-PÉREZ, L.A.; AGAMA-ACEVEDO, E.; SANCHÉZ-HERNANDÉZ, L.; PAREDES-LOPÉZ, O. Isolation and partial characterization of banana. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v.47, p.54–857, 1999.
- BELLO-PÉREZ, L. A.; DE FRANCISCO, A.; AGAMA-ACEVEDO, E.; GUTIERREZ-MERAZ, F.; GARCIA-SUAREZ, F. J. L. Morphological and molecular studies of banana starch. **Food Science and Technology International**, v. 11, p.367-372, 2005.

BELLO-PÉREZ, L. A.; GARCIA-SUÁREZ, F. J.; MÉNDEZ-MONTEALVO, G.; OLIVEIRA DO NASCIMENTO, J. R.; LAJOLO, F. M.; CORDENUNSI, B. R. Isolation and characterization of starch from seeds of *Araucaria brasiliensis*: a novel starch for application in food industry. **Starch/Stärke**, v.58, p. 283-291, 2006.

BERGTHALLER, Wolfgang. Starch world markets and isolation of starch. In: TOMASIK, Piotr. **Chemical and functional properties of food saccharides**. Boca Raton: CRC Press, 2004. cap. 8. p. 103-122.

BILIADERIS, C. G. Structures and Phase Transitions of Starch in Food Systems. **Food Technology**, v. 46, p. 98-109, 1992.

BOBBIO, F.O.e BOBBIO,P.A. **Introdução a Química de Alimentos**. 2. ed. São Paulo: Varela,1995, 223 p.

CARVALHO FILHO, M. A. S. **Preparação e estudo termoanalítico dos cinamatos de terras raras exceto escândio, no estado sólido**. 2000, 145 f. Tese (Doutorado em Química) – Universidade Estadual Paulista, Araraquara, 2000.

CEREDA, Marney Pascoli (coord.). **Propriedades gerais do amido**. Campinas: Fundação Cargill, 2001.

CEREDA, Marney Pascoli (coord.). **Agricultura: Tuberosas amiláceas latino americanas**. São Paulo: Fundação Cargill, 2002.

CHEETHAM, N. W. H.; TAO, L. Variation en crystalline type with amylose content in maize starch granules: an X-ray powder difraction study. **Carbohydrate Polymers**, v. 36, p. 277-284, 1998.

CORNELL,H. The functionality of wheat starch. In: Eliasson, A-C. **Starch in food: Structure, function and application**. Boca Raton: CRC Press, 2000. cap.7.

COSTA, G. E. de A.; QUEIROZ-MONICI, K. da S.; REIS, S. M. P. M.; OLIVEIRA, A. C. de. Chemical composition dietary fibre and resistant starch contents of raw and cooked peã, common bean, chickpea and lentil legumes. **Food Chemistry**, v. 94, p. 327, 330, 2006.

COULTATE, T. P. **Manual de Química e Bioquímica de los alimentos**. 2 ed. Zaragoza: Acribia, 1998, 366 p.

DEMIATE, I. M. **Características de qualidade do amido de castanha européia (*Castanea sativa*, Mill)**.1993, 86f. Dissertação (Mestrado em Ciências, área de concentração Ciência e Tecnologia de Alimentos)- Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz- Piracicaba, 1993.

DEMIATE, I. M.; OETTERER, M.; WOSIACKI, G. Characterization of chestnut (*Castanea sativa* Mill) starch for industrial utilization. **Brazilian archives of biology and technology**, v. 44, n. 1, p.69- 78, 2001.

EGGLESTON, G.; SWENNEN, R.; AKONI, S. Physicochemical studies on starches isolated from plantain cultivars, plantain hybrids and cooking bananas. **Starch/Stärke**, v. 44, p.121–128, 1992.

ELIASSON, A-C; WAHLGREN, M. Starch-lipid interactions and their relevance in food products . In: Eliasson, A-C. **Starch in food: Structure, function and application**. Boca Raton: CRC Press, 2000. cap.15.

FREDRIKSSON, H.; SILVERIO J.; ANDEMON, R.; ELIASSON, A.-C.; AMAN, P. The influence of amylose and amylopectin characteristics on gelatinization and retrogradation properties of different starches. **Carbohydrate Polymers**, v.35, p.119-134, 1997.

FREITAS, R. A.; PAULA, R. C.; FEITOSA, J. P. A.; ROCHA, S. SIERAKOWSKI, M.-R. Amylose contents, rheological properties and gelatinization cinetics of yam (*Dioscorea alata*) and cassava (*Manihot utilissima*) starches. **Carbohydrate Polymers**, v.55, p. 3-8, 2004.

GÉRARD, C.; BARRON, C.; COLONNA, P. PLANCHOT, V. Amylose determination in genetically modified starches. **Carbohydrate Polymers**, v.44, p.19–27, 2001.

GUINESI, L. S.; RÓZ, A. L. DA; CORRADINI, E.; MATTOSO, L. H. C.; TEIXEIRA, E. DE M.; CURVELO, A. A. DA S. Kinetics of thermal degradation applied to starches from different botanical origins by non-isothermal procedures. **Thermochemica Acta**, v. 447, p. 190- 196, 2006.

HATAKEYAMA, T.; QUINN, F. X. **Thermal Analysis: Fundamentals and Applications to Polymer Science**. 2 ed. Chichester: John Wiley & Sons, 1999.

HOOVER, R.; MANUEL, H. A comparative study of the physicochemical properties of starches from two lentil cultivars. **Food Chemistry**, v.53, p. 275-284, 1995.

HOOVER, R.; MANUEL, H. Effect of heat-moisture treatment on the structure and physicochemical properties of legume starches. **Food Research International**,v. 29, p. 731-750, 1996.

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

.HOOVER, R.; RATNAYAKE, R. M. W. S. Determination of total amylose content of starch. **Current protocols in food analytical chemistry** (Section E, Unit 2–3). John Wiley, 2001.

HOOVER, R ; RATNAYAKE, W. S. Starch characteristics of Black bean, chick pea, lentil, navy bean and pinto bean cultivars grown in Canada. **Food Chemistry**, v.78, p. 489-498, 2002.

HUANG, Huahong; LU, Guoquan; SHU, Qingyao. Genetic variation on the starch gelatinization characteristics of sweetpotato with high pigment contents. **Zuowu Xuebao**, v. 31, p. 92-96, 2005.

HUANG, Junrong; SCHOLS, Henk A. ;VAN SOEST, Jeroen J.G.; JIN, Zhengyu; SULMANN, Ellen; VORAGEN, Alphons G.J. Physicochemical properties and amylopectin chain profiles of cowpea, chickpea and yellow pea starches. **Food Chemistry**, v.101, p. 1338-1345, 2007a.

HUANG, Zu-Qiang; LU, Jian-Ping, LI, Xuan-Hai, TONG, Zhang-Fa. Effect of mechanical activation on physic-chemical properties and structure of cassava starch. **Carbohydrate Polimers**, v.68, p.128-135, 2007b.

HURTADO, J. *Et al.* **Procesamiento de la arracacha (*Arracacha xanthorrhiza*): Estudio de La factibilidad técnica y econômica para La producción de almidón y harina y SUS propedades fisicoquímicas**. Seminario Técnico sobre Raíces y Tubérculos autóctonos. Ibagué, Colombia, 27-29 de mayo 1997.

IONASHIRO, M. **Fundamentos da Termogravimetria. Análise Térmica Diferencial. Calorimetria Esploratória Diferencial**. São Paulo: Giz Editora, 2004.

ITURRIAGA, L.; LOPEZ, B.; AÑON, M. Thermal and phicochemical characterization of seven argentine rice flours and starches. **Food Research International**, v. 37, p. 439-447, 2004.

JANE, Jay-lin. Starch: structure and properties. In: TOMASIK, Piotr. **Chemical and functional properties of food saccharides**. Boca Raton: CRC Press, 2003. cap. 7 p. 81- 102.

KARLSSON, M.A.; ELLIASSON, ANN-CHARLOTTE. Gelatinization and retrogration of potato (*Solanum tuberosum*) starch in situ as assessed by differential scanning calorimetry (DSC). **Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie**, v.36, p.735-741, 2003.

KAUR, A.; SINGH, N.; EZEKIEL, R.; GURAYA, H. S. Physicochemical, thermal and pasting properties of starches separated from different potato cultivars grown at different locations. **Food Chemistry**, v.101, p. 643- 651, 2006.

KITAHARA, K.; HAMASUNA, K.; NOZUMA, K.; OTANI, M.; HAMADA, T.; SHIMADA, T.; FUJITA, K.; SUGANUMA, T. Physicochemical properties of amylose- free and high- amylose starches from transgenic sweetpotatoes modified by RNA interference. **Carbohydrate Polymers**, v. 69, p. 233-240, 2007.

KOBYAMA, K.; MATSUKI, J.; YASUI, T.; SASAKI, T. A differential thermal analysis of the gelatinization and retrogradation of wheat starches with different amylopectin chain lengths. **Carbohydrate Polymers**, v. 58, p.71-77, 2004.

KUNTSON, C.A. Annealing of maize starches at elevated temperatures. **Cereal Chemistry**, v. 67, p. 376-384, 1990.

LACERDA, L. G. **Uso de técnicas termoanalíticas na caracterização da hidrólise enzimática parcial de amidos de matérias-primas tropicais**. 2006, 79f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos)- Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2006.

LEONEL, Magali; SARMENTO, Silene B. S.; FRANCO, Celia M. L.; OLIVEIRA, Marcelo A.; CEREDA, Marney. Evaluation of sweet potato varieties as raw materials for starch extraction. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 7, p. 47-55, 2004.

LI, J. Y.; YEH, A. I. Relationships between thermal, rheological characteristics and swelling power of various starches. **Journal of Food Engineering**, v.50, p. 141-148, 2001.

LII, C.-Y.; CHANG, S.-M.; YOUNG, Y.-L. Investigation of the physical and chemical properties of banana starches. **Journal of Food Science**, v. 47, p.1493–1497, 1982.

LIMA, G. J. M. M. **O trigo na alimentação de suínos e aves**. Concórdia: Embrapa Suínos e Aves, 1995 (FOLDER).

LING, L.H.; OSMAN, E.M.; FERNANDES, J.B.; AMES, P.J.R. Physical properties of starch from Cavendish banana fruit, **Starch/Stärke**, v.34, p.184-188, 1982.

LIU, Qiang. Understanding Starches and Their Role in Foods. In: CUI, Steve W. **Food Carbohydrates Chemistry, Physical Properties, and Applications**. Boca Raton: CRC Press, 2005. Capítulo 7. p 309-356.

LUCAS, E.; SOARES, B. G.; MONTEIRO, E. **Caracterização de polímeros – Determinação de peso molecular e análise térmica**, 1 ed. Rio de Janeiro: E-papers, 2001.366p.

MARQUES, P. T.; PÉRÉGO, C.; LE MEINS, J. F.; BORSALI, R.; SOLDI, V. Study of gelatinization process and viscoelastic properties of cassava starch: Effect of sodium hydroxide and ethylene glycol diacrylate as cross- linking agent. **Carbohydrate Polymers**, v. 66, p.396- 407, 2006.

MATSUGUMA, L. S. **Caracterização do amido de mandioca-salsa (*Arracacia xanthorrhiza*) nativo e modificado por oxidação**. 2006., 110 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos)- Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2006.

McPHERSON, A.E., JANE, J. Comparison of waxy potato with other root and tuber starches. **Carbohydrate Poymers**, v.40, p. 51-70, 1999.

MOORTHY, S. N. Extraction of starches from tuber crops using ammonia. **Carbohydrate Polymers**, v. 16, p. 391-398, 1991

MORRISON, W. R.; LAIGNELET, B. An improved colorimetric procedure for determining apparent and total amylase in cereal and other starches. **Journal of Cereal Science**, v. 1, p. 9-20, 1983.

NODA, T.; TAKAHATA, Y.; SATO, T.; IKOMA, H.; MOCHIDA, H. Combined essects of planting and harvesting dates on starch properties of sweet potato roots. **Carbohydrate Polymers**, v. 33, p. 169- 176, 1997.

NÚÑEZ-SANTIAGO, M.C.; BELLO-PÉREZ, L. A.; TECANTE, A. Swelling-solubility characteristics, granule size distribution and rheological behavior of banana (*Musa paradisiacal*) starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 56, p. 65- 75, 2004

PAREDEZ-LÓPEZ, O.; BELLO-PÉREZ, L. A.; LÓPEZ, M. G. Amylopectina: Structural, gelatinization and retrogradation studies. **Food Chemistry**, v. 50, p. 411- 417, 1994.

PERONI, F.H.G.;ROCHA,T.S., FRANCO, C.M.L. Some structural and Physicochemical characteristics of tuber and root sarches. **Food Science and Technology International**, v.12, p.505-513, 2006.

PILAR-CANO, M.; ANCOS, B.; MATAALLANA, M. C.; CÁMARA, M.; REGLERO, G.; TABERA, J. Differences among Spanish and Latin-American banana cultivars: morphological, chemical and sensory characteristics. **Food Chemistry**, v. 59, n.3, p. 41-419, 1996.

PIRES, T.C.R.; VEIGA, E. M.; FINARDI FILHO, F. Enzimas amilolíticas da mandioquinha-salsa. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.2, n.3, p.278-284, 2002.

PROTSEROV, V. A.; WASSERMAN, L. A.; TESTER, R. F.; DEBON, S. J. J.; EZERNITSKAJA, M. G.; YURYEV, V. P. Thermodynamic and structural properties of starches extracted from potatoes grown at different environmental temperatures. **Carbohydrate Polymers**, v. 49; p. 271- 279, 2002.

RIBEIRO, E. P.; SERAVALLI, E. A. G. **Química de Alimentos**. São Paulo: Edgard Blücher, 2004, 184 p.

SALUNKHE, D.K.; KADAM, S.S.; **Handbook of Vegetable Science and Technology**. New York: Marcel Dekker, 1998, 721p.

SANTACRUZ, S.; KOCH, K.; SVENSSON, E.; RUALES, J.; ELIASSON, A.-C.Three underutilised sources of starch from the Andean region in Ecuador. Part I. Physico-chemical characterization. **Carbohydrate Polymers**, v. 49, p.63- 70, 2002.

SILVA, S.A. da; CONCEIÇÃO, M. M. da; SOUZA, A. G. de; MACÊDO, R.O. Calorimetric and kinetic parameters of manioc derivatives. **Thermochimica Acta**, v.328, p. 177- 181, 1999.

SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F.X.; KIEMLE, D. J. **Identificação Espectrométrica de compostos orgânicos**. Trad. Ricardo Bicca de Alencastro. 7 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2007.

SINGH, Narpinder; INOUCHI, Naoyoshi; NISHINARI, Katsuyoshi. Morphological, structural, thermal, and rheological characteristics of starches separated from apples of different cultivars. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v.53, p.193-199, 2005.

SOLIMANN, A. A. A.; EL-SHINNAWY, N. A.; MOBARAK, F. Thermal behavior of starch and oxized starch. **Thermochimica Acta**, v. 296, p. 149- 153, 1997.

STAHL, J. A.; LOBATO, L. P.; BOCHI, V. C.; KUBOTA, E.H.; CUTKOSKI, L. C.; EMANUELLI, T. Physicochemical properties of Pinhão (*Araucaria angustifolia*, Bert, O. Ktze) starch phosphates. **Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie**, v.40, p.1206-1214, 2007.

SRICHUWONG, S.; SUNARTIB, T. C.; MISHIMAC, T.; ISONOA, N.; HISAMATSUA, M. Starches from different botanical sources I: Contribution of amylopectin fine structure to thermal properties and enzyme digestibility. **Carbohydrate Polymers**, v. 60, p.529–538, 2005.

STEVENSON, D. G.; DOMOTO, P. A.; JANE, J. Structures and functional properties of apple (*Malus domestica* Borkh) fruit starch. **Carbohydrate Polymers**, v.63, p. 432-441, 2006.

SVEGMARK, K.; HELMERSSON, K.; NILSSON, G.; NILSSON, P. -O.; ANDERSSON, R.; SVENSSON, E. Comparison of potato amylopectin starches and potato starches – influence of year and variety. **Carbohydrate Polymers**, v. 47, p.331-340, 2002.

TEIXEIRA, M. A. V.; CIACCO, C. F.; TAVERES, D. Q.; BONEZZI, A. Ocorrência e caracterização do amido resistente em amidos de milho e de banana. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.18, n. 2, 1998.

TOMASIK, Piotr. **Chemical and Functional Properties of Food Saccharides**. Boca Raton: CRC Press, 2004.

VERMEYLEN, R.; GODERIS, B.; REYNAERS, H.; DELCOUR, J. A. Gelatinisation related structural aspects of small and large wheat starch granules. **Carbohydrate Polymers**, v. 62, p. 170-181, 2005.

VIEIRA, F. **Efeito do tratamento com calor e baixa umidade sobre características físicas e funcionais dos amidos de amndioquinha-salsa (*Arracacia xanthorrhiza*), de batata-doce (*Ipomoe batatas*) e de gengibre (*Zinziber officinale*)**. 2004, 123 f. Dissertação (Mestrado em Ciência de Alimentos)-Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, Piracicaba, 2004.

WALISEWSKI, K. N. ; APARÍCIO, M A. ; BELLO, L. A. ; MONROY, J. A. Changes of banana starch by chemical and physical modification. **Carbohydrate Polymers**, v. 52, p. 237–242, 2003.

WANG, QI ; CUI, Steve W. Understanding the Physical Properties of Food Polysaccharides. In: CUI, Steve W. **Food Carbohydrates Chemistry, Physical Properties, and Applications**. Boca Raton: CRC Press, 2005. Capítulo 4. p. 161-217.

WENDLANDT, W. WM. **Thermal Analysis**. 3. ed. New York: Wiley Interscience Publication, 1986. 815 p.

WHISTLER, R.L., BeMILLER, J.N. **Carbohydrate Chemistry for Food Scientists**. St. Paul: Eagan Press, 1997, p.117-151

WOSIACKI,G.; CEREDA, M. P. Characterization of Pinhão Starch. Part I. Extraction and Properties of the Starch Granules. **Starch/ Stärke**, v. 37, p. 224-227, 1985.

XIE, XUEJU (SHERRY); LIU, QIANG; CUI, Steve W. Studies on the granular structure of resistant starches (type 4) from normal, high amylose and waxy corn starch citrates. **Food Research International**, v.39, p. 332-341, 2006.

YADAV, A. R.; GUHA, M.; THARANATHAN, R.N.; RAMTEKE, R.S. Changes in characteristics of sweetpotato flour prepared by different drying techniques. **Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie**, v.39, p. 20-26, 2006.

YONEMOTO, P. G. **Efeito do tamanho dos grânulos nas características estruturais e físico químicas do amido de trigo.** 2006, 103 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Alimentos) - Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, São José do Rio Preto, 2006.

YOO, S-H; JANE, J.L. Structural and physical characteristics of waxy and other wheat starches, **Carbohydrate Polymers**, v. 49, p. 297-305, 2002.

YOSHIDA, H.; NOZAKI, K.; HANASHIRO, I.; YAGI, F.; ITO, H.; HONMA, M.; MATSUI, H.; TAKEDA, Y. Structure and physicochemical properties of starches from kidney bean seeds at immature, premature and mature stages of development. **Carbohydrate Research**, v.338, p. 463-469, 2003.

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

YU, Y; WANG, J. Effect of γ -ray irradiation on starch granule structure and physicochemical properties of rice. **Food Research International**, v.40, p. 297-303,2007.

ZHANG, T.; OATES, C.G. Relationship between α -amylase degradation and physicochemical properties of sweet potato starches, **Food Chemistry**, v. 65, p. 157-163, 1999.

ZHOU, Y.; HOOVER, R.; LIU, Q. Relationship between α -amylase degradation and the structure and physicochemical properties of legume starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 57, p.299- 317, 2004.